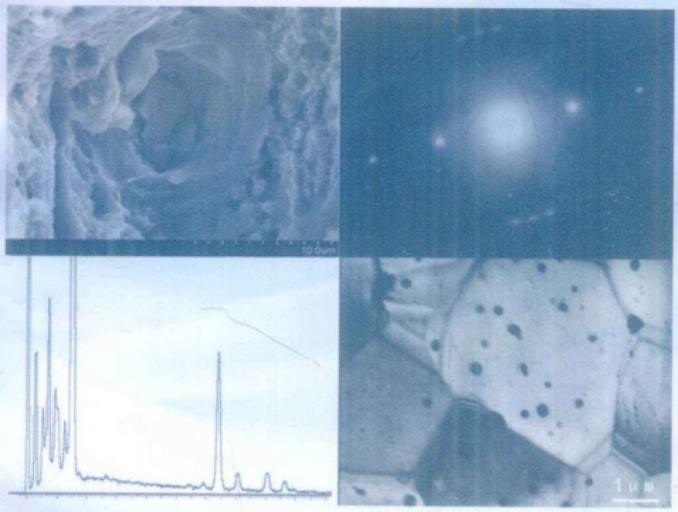
普通高等教育“十二五”规划教材

PUTONG GAODENG JIAOYU "12·5" GUIHUA JIAOCAI

材料电子显微分析

张静武　编著



冶金工业出版社
Metallurgical Industry Press

ISBN 978-7-5024-5810-2



定价19.00元
销售分类建议：材料科学

普通高等教育“十二五”规划教材

材料电子显微分析

张静武　编著

北　京
冶 金 工 业 出 版 社
2012

内 容 简 介

本书以电子光学基本概念为基础，讲授透射电子显微镜、扫描电子显微镜和电子探针的工作原理以及用于分析材料的基本方法。主要内容有：透射电镜和扫描电镜试样的制备、电子衍射原理及花样标定、衍衬运动学及典型衍衬像分析方法。在扩充学习内容中，较为深入地介绍了电子光学理论概念和材料电子显微分析方法的最新进展。

本书可作为高等学校材料专业的本科教材，以及机械、电子、化工、生物、医学、地质等专业的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

材料电子显微分析／张静武编著．—北京：冶金工业出版社，2012.1

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5024-5810-2

Ⅰ.①材… Ⅱ.①张… Ⅲ.①金属材料—电子显微镜分析—高等学校—教材 Ⅳ.①TG115.21

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 272294 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号，邮编 100009

电 话 (010) 64027926 电子信箱 yjcbs@cnmip.com.cn

责任编辑 于昕蕾 美术编辑 李 新 版式设计 孙跃红

责任校对 禹 蕊 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-5810-2

北京兴华印刷厂印刷；冶金工业出版社出版发行；各地新华书店经销

2012 年 1 月第 1 版，2012 年 1 月第 1 次印刷

787mm×1092mm 1/16；8.75 印张；194 千字；131 页

19.00 元

冶金工业出版社投稿电话：(010)64027932 投稿信箱：tougao@cnmip.com.cn

冶金工业出版社发行部 电话：(010)64044283 传真：(010)64027893

冶金书店 地址：北京东四西大街 46 号(100010) 电话：(010)65289081(兼传真)

(本书如有印装质量问题，本社发行部负责退换)

前　言

本书是适合材料类本科生学习的电镜课教材，讲授材料分析电子显微学的基本内容，为分析材料的结构、缺陷、微区形貌和成分提供现代手段，涉及透射电子显微镜、扫描电子显微镜和电子探针的原理、结构及分析方法。

当代的科研和生产实践中，应用电子显微镜分析材料的工作越来越多，每年有大量的相关科技文献发表；而在教学计划调整后，这门课程的学时已经大幅度减少，按照现有的教材开展教学，学生的课堂学习和相关文献的阅读都存在较大困难。

本教材从科技和生产实践需要出发，并依据多年的教学经验，在保持教材的完整体系和理论基础的前提下，注重应用，删繁就简，突出重点。授课时间为32～34学时。每章后的思考题为该章节的主要内容；扩充学习是与章节内容相关的理论分析、实际应用或最新进展，不计入授课学时之内。

本教材适合一般工科院校本科生的教学需要，也可以作为学生毕业设计、科技人员相关工作的参考用书。

在编写过程中，编者参阅了多本同类教材、专著、科技文献和厂商资料，在此谨向各位著者致谢！同时，燕山大学立项支持，材料学院教研室、电镜室的教师给予帮助，材料2008级同学提出修改意见，谨在此致谢！

本人水平有限，若编著中存在漏误，请读者不吝赐教！

编者　张静武

2011年11月

目　录

1　电子光学基础 …… 1

1.1　电子波长 …… 1
1.2　电磁透镜 …… 2
1.3　电磁透镜的像差 …… 3
1.3.1　球差 …… 4
1.3.2　像散 …… 4
1.3.3　色差 …… 5
1.4　电磁透镜的景深和焦长 …… 6
1.4.1　景深 …… 6
1.4.2　焦长 …… 7
1.5　透射电镜的分辨率 …… 8
1.5.1　光学显微镜分辨率的极限 …… 8
1.5.2　球差对分辨率的影响 …… 10
思考题 …… 10
扩充学习——电子轨迹与球差矫正器 …… 11
1. 运动电子在轴旋转对称磁场中的轨迹 …… 11
2. 球差矫正器 …… 13

2　透射电子显微镜 …… 15

2.1　照明系统 …… 16
2.1.1　电子枪 …… 16
2.1.2　聚光镜 …… 18
2.2　成像系统 …… 19
2.2.1　物镜及成像原理 …… 19
2.2.2　中间镜和电子衍射 …… 21
2.2.3　投影镜 …… 23
2.3　观察－记录系统和衬度 …… 23
2.3.1　观察－记录系统 …… 23
2.3.2　衬度 …… 23
2.4　主要部件的结构和工作原理 …… 26
2.4.1　样品台和双倾台 …… 26
2.4.2　电子束倾斜和平移装置 …… 27
2.4.3　消像散器 …… 28

2.4.4 光阑 …… 28
2.5 分辨率的测定 …… 29
2.5.1 晶格分辨率 …… 29
2.5.2 点分辨率 …… 29
思考题 …… 30
扩充学习——电子枪亮度和场发射电子枪 …… 30
1. 电子枪亮度 …… 30
2. 场发射电子枪 …… 32

3 透射电镜试样制备 …… 33

3.1 复型试样 …… 33
3.2 粉末试样 …… 35
3.2.1 火棉胶混合制备 …… 35
3.2.2 粉体直接制备 …… 35
3.2.3 树脂包埋制备 …… 36
3.3 薄膜试样 …… 37
3.3.1 双喷射电解抛光 …… 37
3.3.2 离子减薄 …… 39
思考题 …… 40
扩充学习——其他制样方法 …… 40
1. 镀膜界面的 TEM 试样制备 …… 40
2. 聚焦离子束制备 TEM 试样 …… 41

4 电子衍射 …… 42

4.1 电子衍射原理 …… 43
4.1.1 倒易点阵 …… 43
4.1.2 电子衍射的爱瓦尔德球图解 …… 43
4.1.3 倒易点的结构振幅加权 …… 44
4.1.4 偏离矢量 …… 46
4.2 电子衍射花样 …… 46
4.2.1 单晶体电子衍射花样的形成与特征 …… 46
4.2.2 多晶体电子衍射花样的形成与特征 …… 46
4.3 电镜中的电子衍射 …… 47
4.3.1 电子衍射公式 …… 47
4.3.2 磁转角 …… 48
4.3.3 选区电子衍射 …… 49
4.4 单晶体电子衍射花样标定 …… 50
4.4.1 *D* 值尝试法标定单晶体电子衍射花样 …… 50

4.4.2　常见晶系单晶体电子衍射花样标定实例 …… 54
4.4.3　花样标定的内标法 …… 58
思考题 …… 58
扩充学习——复杂电子衍射花样 …… 58
1. 高阶劳厄带 …… 58
2. 菊池线 …… 59

5　衍衬像分析 …… 63

5.1　衍衬成像原理 …… 63
5.2　衍衬运动学物理模型 …… 64
5.2.1　基本假设 …… 64
5.2.2　双光束近似和柱体近似 …… 65
5.3　理想晶体的运动学分析 …… 66
5.3.1　理想晶体衍衬运动学基本方程 …… 66
5.3.2　衍衬运动学方程的基本结论 …… 68
5.4　缺陷晶体的运动学分析 …… 71
5.4.1　晶体缺陷引起的附加相因子 …… 71
5.4.2　典型晶体缺陷的衬度分析 …… 73
5.5　晶体的典型衍衬像和基本分析方法 …… 78
5.5.1　金属组织的衍衬像 …… 78
5.5.2　晶体缺陷的衍衬像 …… 82
5.5.3　衍衬像分析的基本方法 …… 84
思考题 …… 85
扩充学习——消光距离柏氏矢量测定和高分辨像 …… 86
1. 消光距离 …… 86
2. 位错柏氏矢量的测定 …… 86
3. 高分辨像 …… 87

6　扫描电子显微镜 …… 90

6.1　高能电子束与试样的相互作用 …… 90
6.1.1　背散射电子 …… 90
6.1.2　二次电子 …… 91
6.1.3　吸收电子 …… 91
6.1.4　特征 X 射线 …… 91
6.1.5　俄歇电子 …… 92
6.2　扫描电镜的一般结构与工作原理 …… 92
6.2.1　电子光学系统 …… 93
6.2.2　信号检测和成像系统 …… 94

6.3 扫描电子显微镜的工作原理与主要性能 …… 95
6.4 扫描电镜图像基本衬度的原理及其应用 …… 97
6.4.1 二次电子衬度原理及其应用 …… 97
6.4.2 背散射电子衬度原理及其应用 …… 99
6.5 扫描电镜试样的基本要求与制备 …… 102
思考题 …… 103
扩充学习——扫描电镜功能的新进展 …… 103
1. 低电压扫描电子显微镜 …… 103
2. 电子束减速技术 …… 104
3. 背散射电子衍射 …… 105
4. 低真空扫描电镜（环境扫描电镜） …… 106

7 电子探针 X 射线显微分析 …… 107

7.1 电子探针的一般结构 …… 107
7.2 波谱仪工作原理 …… 108
7.2.1 波谱仪的检测结构 …… 108
7.2.2 波谱仪的 X 光检测 …… 109
7.3 能谱仪的工作原理 …… 110
7.3.1 能谱仪的检测结构 …… 110
7.3.2 能谱仪的 X 光检测 …… 111
7.4 多道脉冲高度分析器 …… 111
7.5 电子探针的工作模式 …… 112
7.5.1 元素点分析 …… 112
7.5.2 元素线扫描分析 …… 112
7.5.3 元素面分布分析 …… 113
7.5.4 元素的定量分析 …… 114
7.6 波谱仪和能谱仪的性能比较 …… 116
思考题 …… 116
扩充学习——EDS 分析进展 …… 117
1. STEM – EDS 分析 …… 117
2. FE – TEM 的 EDS 图（EDS maping） …… 118
3. SEM – EDS 图（EDS maping）分析 …… 118

附录 …… 120

附录Ⅰ 常见晶体电子衍射花样标定用图表 …… 120
附录Ⅱ 常见物相的晶体学数据表 …… 125

参考文献 …… 131

1 电子光学基础

电子显微镜以电子束作光源、以磁场作透镜，晶格分辨率已经超过0.1nm。本章的电子光学基本概念是电子显微镜的物理学基础。主要学习内容：电子波长、电子的磁聚焦、电磁透镜的像差和分辨率。

1.1 电子波长

根据德布罗意（De Broglie）的观点，运动的电子除了具有粒子性外还具有波动性，其波动性和可见光相似。电子的波长取决于电子运动的速度和质量，即：

$$\lambda = \frac{h}{mv} \tag{1-1}$$

式中，h 为普朗克常数，$h = 6.626 \times 10^{-34}\text{J} \cdot \text{s}$；$m$ 为电子质量；v 为电子运动速度，它和电子的加速电压 U 之间存在如下关系：

$$\frac{1}{2}mv^2 = eU \tag{1-2}$$

式中，e 为电子所带电荷，$e = 1.6 \times 10^{-19}\text{C}$。

将式1-1和式1-2整理，得：

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2emU}} \tag{1-3}$$

式中，h、e 是常数；当电子运动速度较低时，电子质量 m 接近电子静止质量 m_0，$m_0 = 9.1 \times 10^{-31}\text{kg}$；当电子运动速度很高时，$m$ 必须经过相对论校正，即：

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \left(\frac{v}{c}\right)^2}} \tag{1-4}$$

式中，c 为光速。

由式1-3可见 λ 与 U 成反比，加速电压 U 越高，电子运动速度 v 越大，电子波长 λ 越短。按照式1-4进行相对论修正的 m 数值，可以计算出不同加速电压下的电子波长，

见表 1-1。

表 1-1 不同加速电压下的电子波长（经相对论校正）

加速电压/kV	电子波长/nm	加速电压/kV	电子波长/nm
1	0.0388	40	0.00601
2	0.0274	50	0.00536
3	0.0224	60	0.00487
4	0.0194	80	0.00418
5	0.0713	100	0.00370
10	0.0122	200	0.00251
20	0.0859	500	0.00142
30	0.00698	1000	0.00087

可见光的波长在 390 ~760nm，从计算出的电子波长来看，在常用的 200kV 加速电压下，电子的波长为 0.00251nm，要比可见光小 5 个数量级。

1.2 电磁透镜

电子作为带电粒子在磁场中运动会受到洛伦兹力的作用，轴旋转对称磁场可以使运动着的电子折射而发生“聚焦”，像可见光通过玻璃透镜一样用来成像。用电磁线圈可以产生轴旋转对称磁场，把这种能对运动电子聚焦成像的装置称为“电磁透镜”或“磁透镜”。

图 1-1 所示的通电短线圈就是一个简单的电磁透镜，磁感应强度 $\boldsymbol{B}$ 由电流方向决定。图 1-2 是电磁透镜聚焦原理示意图。磁透镜造成一种轴对称不均匀分布的磁场，磁力线围绕导线呈环状，磁力线上任意一点的磁感应强度 $\boldsymbol{B}$ 都可以分解成平行于透镜主轴的分量 $\boldsymbol{B}_z$ 和垂直于主轴的分量 $\boldsymbol{B}_r$。速度为 $\boldsymbol{v}$ 平行于透镜主轴的电子进入透镜的磁场时，位于透镜上半部Ⅰ点的电子受到垂直分量 $\boldsymbol{B}_r$ 的作用，使电子受到切向力。根据左手法则，电子所受的切向力 $\boldsymbol{F}_t$ 的方向如图 1-2 所示。$\boldsymbol{F}_t$ 使电子获得切向速度 $\boldsymbol{v}_t$，$\boldsymbol{v}_t$ 随即和 $\boldsymbol{B}_z$ 分量叉乘，形成了另一个向透镜主轴靠近的径向力 $\boldsymbol{F}_r$，使电子向主轴偏转。平行入射到磁场中的电子到达不同的位置，都得到切向速度 $\boldsymbol{v}_t$ 使电子做圆周运动，同时都具有轴向速度 $\boldsymbol{v}_z$ 使电子趋向轴上的一点。当电子穿过线圈运动到透镜的下半部Ⅱ点位置时，$\boldsymbol{B}_r$ 的方向改变了 180°，$\boldsymbol{F}_t$ 随之反向，但是 $\boldsymbol{F}_t$ 的反向只能使 $\boldsymbol{v}_t$ 变小，而不能改变其方向。因此穿过线圈的电子仍然向主轴靠近。电子的运动轨迹是原来平行于主轴的直线运动、圆周运动和向轴运动的合运动，整体轨迹是圆锥螺旋状，最终落到磁透镜的轴上，完成电子的磁聚焦。一束平行于主轴的入射电子束通过电磁透镜时被聚焦在轴线上一点，这一点称为焦点，这与光学玻璃凸透镜对平行于透镜主轴入射的平行光的聚

焦作用十分相似，仍可用牛顿成像公式来说明这一聚焦过程，见图 1-3。

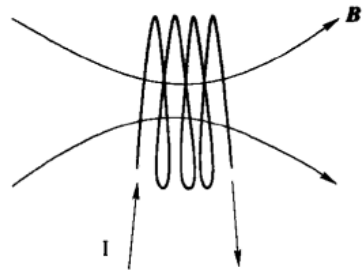


图 1-1 通电流的短线圈产生磁场

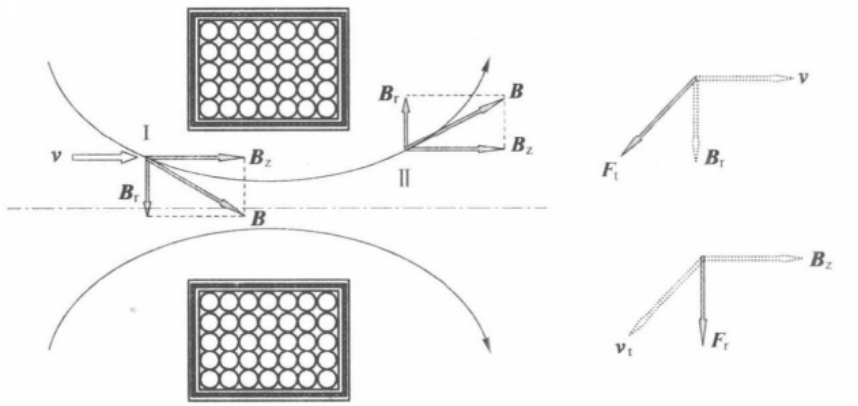


图 1-2 电磁透镜聚焦原理

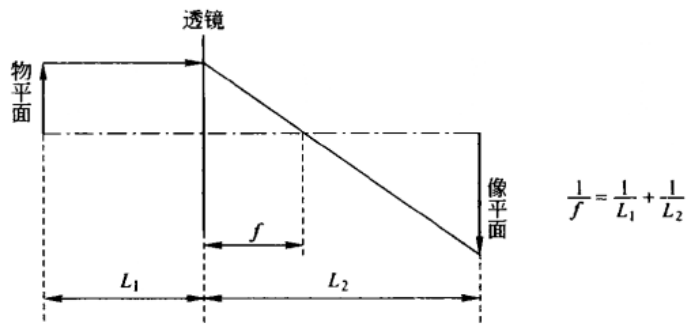


图 1-3 牛顿成像公式图示

f—焦距；L_1—物距；L_2—像距

1.3 电磁透镜的像差

按照衍射理论计算结果，光学透镜的分辨率是波长的一半。对于电磁透镜来说，目前还远远没有达到这一水平。主要原因是除了衍射效应对分辨率的影响外，还有像差对

分辨率的影响。电磁透镜的主要像差有球差、像散和色差。

1.3.1 球差

球差是由电磁透镜近轴区域磁场和远轴区域磁场对电子束的折射能力不同而产生的像差。近轴区域对电子束的折射能力弱，远轴区域对电子束的折射能力强。来自于轴上物点散射的电子束，经过电磁透镜折射后到达像平面本应该形成一个对应的像点，但实际上近轴电子和远轴电子不聚焦在同一点上（图 1-4），这种由于透镜磁场折射能力不同形成的像点发散就是球差。像平面上沿轴线从远轴电子聚焦点到近轴聚焦点之间，存在一个像平面，其上的散焦斑最小，同其他各处的圆斑相比，这个散焦斑最清晰，就把最小散焦斑作为与物点对应的像点。设散焦斑半径为 R_0，将 R_0 除以放大倍数 M 把最小散焦斑折算到物平面上，有 $\Delta r_s = R_0/M$，原来的物点由于球差的影响变成了半径为 Δr_s 的漫散圆斑，用 Δr_s 表示球差大小，按照物理光学的相关公式，有：

$$\Delta r_s = \frac{1}{4} C_s \alpha^3 \tag{1-5}$$

式中，C_s 为球差系数，通常情况下电磁透镜的球差系数 C_s 相当于它的焦距，大小约为 1～3mm；α 为孔径半角。由式 1-5 可见，减小球差系数和孔径半角可以减小球差，尤其是孔径半角减小时，球差显著减小。

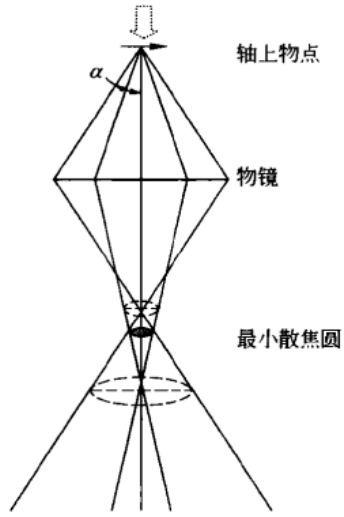


图 1-4 球差的形成

球差是影响电磁透镜分辨率的主要像差，它不能像光学透镜那样通过设计凸透镜、凹透镜的组合来补偿消除。但最近发明的电磁透镜球差矫正器可以有效地降低球差系数。

1.3.2 像散

像散是由透镜磁场的非旋转对称引起的像差。透镜的极靴孔加工误差，上、下极靴

的轴线错位、极靴材质不均以及极靴孔周围的局部污染等，都会引起透镜的磁场产生椭圆度。椭圆磁场长、短轴方向上的聚焦能力存在差异，结果成像物点通过透镜后不能在像平面上聚焦于一点（图 1-5）。同样在长、短轴聚焦点之间有一个最佳聚焦位置，此

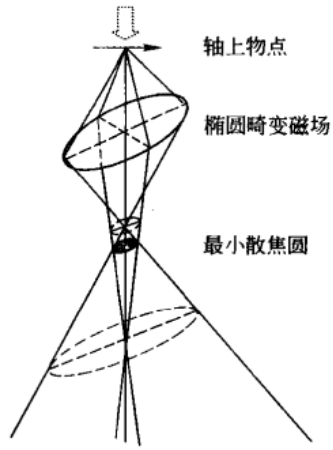


图 1-5 像散的产生

处像平面上得到一个最小散焦斑，半径为 R_A，将 R_A 折算到物平面上得到一个半径为 Δr_A 的漫散圆斑，用 Δr_A 表示像散的大小，其计算公式为：

$$\Delta r_A = \Delta f_A \alpha \tag{1-6}$$

式中，Δf_A 为像散系数，等于磁透镜出现椭圆度时造成的焦距差；α 为孔径半角。电磁透镜的像散是可以消除的像差，通常引入一个强度和方位可调的矫正磁场来进行补偿，产生这个矫正磁场的装置称为消像散器。

1.3.3 色差

色差是由于成像电子的能量不同或波动，电子在透镜磁场中运动速度不同，从物面上一点散射的电子不能聚焦在像面上同一点而形成的像差，如图 1-6 所示。不

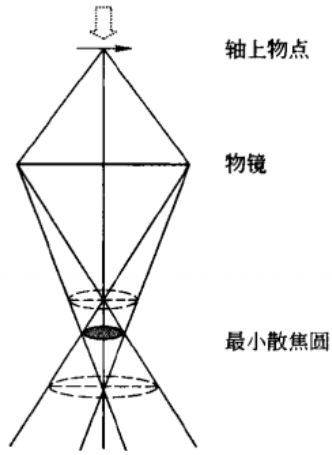


图 1-6 色差的产生

同能量的电子聚焦在不同位置，像平面上也有一个最小半径为 R_c 的散焦斑。同样将 R_c 折算到物平面上，得到半径为 Δr_c 的圆斑，用 Δr_c 表示色差，Δr_c 的大小由下式来确定：

$$\Delta r_c = C_c \cdot \alpha \left| \frac{\Delta E}{E} \right| \tag{1-7}$$

式中，C_c 是电磁透镜的色差系数；$\Delta E/E$ 是电子束的能量变化率；α 为孔径半角。式 1-7 说明，在色差系数和孔径半角一定的情况下，电子能量的波动是主要影响因素。引起电子能量波动的原因主要有两个：一是电子加速电压不稳，致使入射电子能量波动；二是电子束照射试样时和试样相互作用，部分电子产生非弹性散射，致使能量变化。

1.4 电磁透镜的景深和焦长

1.4.1 景深

透镜的景深是指当像平面固定时（像距不变），在保持图像清晰的条件下，允许物平面（样品）沿透镜主轴平移的最大距离。

在理想状态下（不考虑衍射差、球差、像散和色差等影响），由图 1-7 可见样品上某一物点位于 O 位置时，该点在像平面上应形成一个像点 O'。当试样向上方移动，使 O 点到达 A 点时，A 点的像应位于 A'处。如果像平面的位置保持不变，则 A'点将在像平面上散焦成一个半径为 R 的圆斑；当试样向下移动，使原物点 O 到达 B 点时，B 点将在像平面的 B'处成像，同样会形成一个半径为 R 的散焦斑。

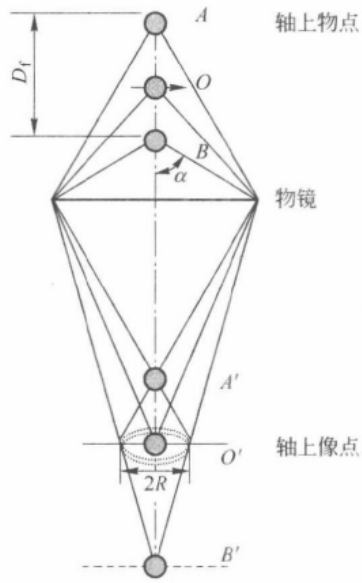


图 1-7 物镜的景深

如果衍射效应是决定透镜分辨率的控制因素（即上述诸因素中 Δr_0 为最大），在像平面上由衍射引起的散焦斑半径应是 R_0，因此，只要物点在像平面上形成的圆斑半径 R 小于或等于 R_0 时，像平面上的图像就仍能保持清晰，所以，样品在从 A 到 B 的范围内移动时，并不影响物像的清晰度，AB 间的这段距离称为景深，用 D_f 表示。

由图 1-7 的几何关系可知：

$$D_f = \frac{2\Delta r_0}{\tan\alpha} \tag{1-8}$$

式中，$\Delta r_0 = \frac{R_0}{M}$，$M$ 为放大倍数；α 为孔径半角。因为电磁透镜的孔径半角很小，同时 A、B 两点间的距离比透镜的物距小得多，所以可以认为样品上的物点 O 在位于位置 A 和位置 B 时，相应的 α_A、α_B 近似地和 α 相等。如果 $\Delta r_0 = 1\text{nm}$，$\alpha = 10^{-2} \sim 10^{-3}\text{rad}$，求出 $D_f = 200 \sim 2000\text{nm}$。透射电子显微镜的金属薄膜试样的厚度一般只有 200 ~ 300nm，因此上述景深范围可以保证样品整个厚度范围内各处细节都清晰可见。

1.4.2 焦长

透镜的焦长是指固定样品的条件下（物距不变），像平面沿透镜主轴平移时仍能保持图像清晰的最大距离。由图 1-8 可见，样品上某一点 P 通过透镜后正焦位置应是 P' 点。如果把像平面移动到 Ⅰ 位置，则 P' 点将散焦成一个半径为 R 的欠焦斑；如果把像平面反向移动相等的距离到达位置 Ⅱ 时，则得到半径为 R 的过焦斑。若决定透镜分辨率的控制因素仍是衍射效应，由衍射产生的最小散焦斑直径等于 R_0，在物平面上为 Δr_0，则根据图 1-8 中的几何关系可以得到：

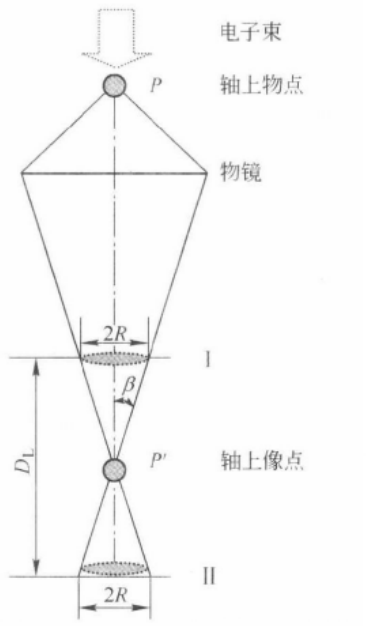


图 1-8 物镜的焦长

$$D_L = \frac{2\Delta r_0 M}{\tan\beta} \approx \frac{2\Delta r_0 M}{\beta}$$

$$\beta = \frac{\alpha}{M}$$

$$D_L = \frac{2\Delta r_0}{\alpha} M^2 \tag{1-9}$$

式中，D_L 就是透镜的焦长。如果 $\Delta r_0 = 1\text{nm}$，$\alpha = 10^{-2}\text{rad}$，$M = 200$ 倍，则 $D_L = 8\text{mm}$。考虑到电子显微镜是多级放大，总放大倍数可以很高，如 $M = 2000$ 倍时，D_L 可达到 80cm。这使得在透射电镜中，荧光屏和照相底片之间的距离可以很大，只要在焦长范围内就能得到清晰的图像。

从计算景深和焦长的公式中可以看到，随着孔径半角 α 的减小，D_f 和 D_L 都会变大，因此，在电磁透镜中插入一个直径较小的光阑时，可明显增加景深和焦长。

1.5 透射电镜的分辨率

1.5.1 光学显微镜分辨率的极限

光学显微镜以可见光为光源，由于光波的波动性，通过透镜各部分折射到像平面上的光波发生干涉，产生衍射效应。一个理想的物点，在像平面上形成的不再是一个像点，而是一个具有一定尺寸的中央亮斑及其周围逐渐变暗的多个圆环，称为 Airy 斑，如图 1-9 所示。

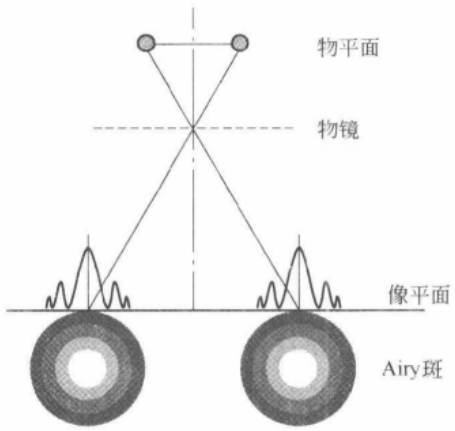


图 1-9 两个点光源成像时形成的 Airy 斑

测量表明，Airy 斑的强度大约 84% 集中在中心亮斑上，其余强度分布在周围的亮环上。由于各亮环的强度较低，一般人眼不易分辨，只能看到中心亮斑。因此通常以 Airy 斑的第一暗环的半径来衡量其大小。设有两个物点通过透镜成像，在像平面上形成两个 Airy 斑。根据衍射理论，点光源通过透镜产生的 Airy 斑半径 R_0 为：

$$R_0 = \frac{0.61\lambda}{n\sin\alpha}M \tag{1-10}$$

式中，λ 为可见光波长；n 为透镜物场介质折射率；α 为透镜孔径半角；M 为透镜放大倍数。两个物点相距较远时，两个 Airy 斑各自分开；当两个物点逐渐靠拢时，两个 Airy 斑也相互靠近，直至发生部分重叠。计算表明，当两个 Airy 斑中心间距等于 Airy 斑的半径时，在两个 Airy 斑强度叠加曲线上（图 1-10），两个最强峰之间的峰谷强度差为 19%，这是人眼对衬度分辨的极限，此时仍能分辨出是两个物点的像。如果两个物点进一步靠近，Airy 斑重叠更多，峰谷强度差更低，人眼就无法分辨了，两个物点成为一个物点。

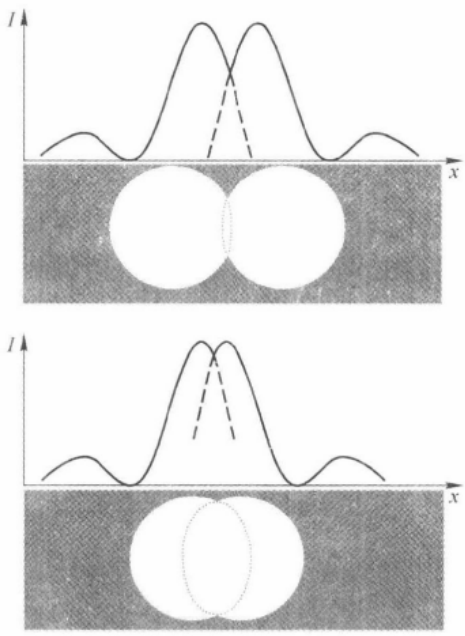


图 1-10 Airy 斑靠近时的强度叠加

通常把两个 Airy 斑中心间距等于 Airy 斑半径时，物平面上相应的两个物点的间距 Δr_0 定义为透镜能分辨的最小间距，即透镜分辨率（也称分辨本领）。由式 1-10 得：

$$\Delta r_0 = \frac{R_0}{M} = \frac{0.61\lambda}{n\sin\alpha} \tag{1-11}$$

对于光学透镜，当 $n\sin\alpha$ 达到最大值时（此时 $n \approx 1.5$，$\alpha \approx 70° \sim 75°$），式 1-11 简化为：

$$\Delta r_0 \approx \frac{\lambda}{2} \tag{1-12}$$

式 1-12 说明，光学透镜的分辨率主要取决于可见光的波长。半波长是光学显微镜分辨率的理论极限。可见光的最短波长是 390nm，也就是说光学显微镜的最高分辨率是

200nm 左右，放大到人眼可分辨的程度（人眼的分辨率约为 0.2mm），光学显微镜的有效放大倍数一般在 1000 倍左右，最高不超过 2000 倍。

式 1-12 还指出，提高显微镜分辨率的关键是降低照明光源的波长。在电磁波频谱上可以找到波长更短的紫外线、X 光和电子波等。由于大多数物质都能强烈地吸收紫外线，而迄今为止还没有找到能使 X 射线改变方向、发生折射和聚焦成像的物质，所以选择了电子波作为新型显微镜的光源。电子显微镜的加速电压为 100～200kV 时，其波长将比可见光短 5 个数量级，因此可以大大提高它的分辨率。除了分辨率的要求之外，电场和磁场能使电子波发生折射，也是制造电子显微镜的基础因素。

1.5.2 球差对分辨率的影响

由于球差、像散和色差的影响，物体（试样）上的光点在像平面上均会扩展成散焦斑。各散焦斑半径折算到物面得到的 Δr_s、Δr_A、Δr_c 值自然就成了由球差、像散和色差所规定的分辨率。

对于已经制造好的磁透镜，球差、像散和色差都是客观存在的，此外还不可避免会出现衍射差。当前的电镜制造技术可以把像散、色差降低到不影响分辨率的水平，最终决定分辨率的是衍射差和球差。同时考虑两者的影响可以发现：孔径半角对衍射差分辨率和球差分辨率的影响是相反的。增大孔径半角 α 使 Δr_0 值减小，分辨率提高；但是 α 增大使 Δr_s 值大幅度增加，分辨率降低。因此在电镜设计中，令 $\Delta r_0 = \Delta r_s$，则：

$$\Delta r_0 = \frac{0.61\lambda}{n\sin\alpha} = \Delta r_s = \frac{1}{4}C_s\alpha_0^3 \tag{1-13}$$

考虑到电磁透镜中孔径半角 α 很小（$10^{-2}\sim10^{-3}$rad），真空状态下 $n=1$，有：

$$\Delta r_0 = \frac{0.61\lambda}{n\sin\alpha} \approx 0.61\frac{\lambda}{\alpha}$$

即：

$$0.61\frac{\lambda}{\alpha_0} = \frac{1}{4}C_s\alpha_0^3$$

整理得：

$$\alpha_0 = 1.25\left(\frac{\lambda}{C_s}\right)^{\frac{1}{4}} \tag{1-14}$$

称 α_0 为最佳孔径半角，通常在 $10^{-2}\sim10^{-3}$rad；将式 1-14 代入式1-5，得：

$$\Delta r_0 = 0.49C_s^{\frac{1}{4}}\lambda^{\frac{3}{4}} \tag{1-15}$$

根据式 1-15 得出的电镜分辨率约为 0.1nm。当前，应用球差矫正器降低球差系数 C_s，则电子显微镜最佳晶格分辨率可以达到 0.05nm。

思 考 题

1-1 说明电子的波－粒二像性。

1-2 说明磁透镜的聚焦原理。

1-3 球差、色差和像散是怎样形成的？用什么方法减小这些像差？

1-4 影响磁透镜分辨率的因素有哪些？用什么方法提高图像的分辨率？

1-5 分辨率、放大倍数在意义上有何区别？

1-6 电磁透镜的景深和焦长受哪些因素控制？对透射电子显微镜的成像有何实际意义？

扩充学习——电子轨迹与球差矫正器

1. 运动电子在轴旋转对称磁场中的轨迹

运动电子在轴对称磁场旁轴运动的轨迹遵循如下微分方程：

$$\frac{d^2r}{dz^2} = -\frac{e}{8mv}rH_z^2 \tag{1}$$

$$\frac{d\theta}{dz} = \frac{1}{2}\sqrt{\frac{e}{2m}}\frac{H_z}{\sqrt{U}} \tag{2}$$

式中，m 是电子的质量；H_z 是磁场强度的径向分量；v 是电子的速度；U 是电子的加速电压；其他符号如图 1 所示。

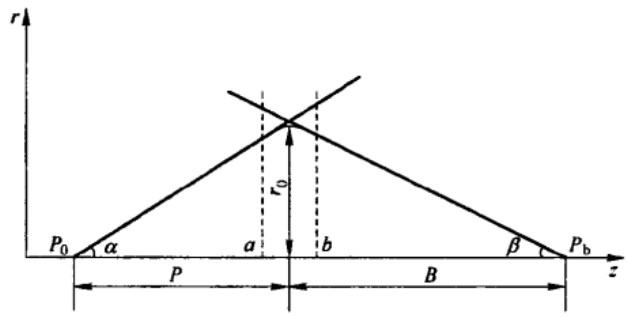


图 1　短磁透镜中的电子运动轨迹

把式 2 积分得：

$$\theta = \int_{-\infty}^{+\infty}\frac{d\theta}{dz}dz = \frac{1}{2}\sqrt{\frac{e}{2m}}\int_{-\infty}^{+\infty}\frac{H_z}{\sqrt{U}}dz$$

积分限可选择场外任意点，故选 $-\infty$ 到 $+\infty$，带入 e 和 m 的数值，H 的单位为 Oe，U 的单位为 V，θ 的单位为 rad，即：

$$\theta = \frac{0.15}{\sqrt{U}}\int_{-\infty}^{+\infty}H_z dz \tag{3}$$

从式 3 可知，励磁越强，像转角 θ 就越大，加速电压越高，电子速度越大，θ 角越

小。像转角的符号取决于场强 H_z 的正负，即与磁场的方向有关。而 H_z 的方向取决于线圈中的电流方向。

依据式 1 确定短磁透镜的焦距，若仅限于研究弱的短磁透镜，即使电子偏转的磁场区域不大，这时可以近似地认为电子在磁场里离开轴的距离不变，即 r = 常数 $= r_0$。对式 1 积分，得：

$$\left(\frac{\mathrm{d}r}{\mathrm{d}z}\right)_b - \left(\frac{\mathrm{d}r}{\mathrm{d}z}\right)_a = -\frac{er_0}{8mU}\int_a^b H_z^2 \mathrm{d}z \tag{4}$$

积分限在场外任意选择：

$$\left(\frac{\mathrm{d}r}{\mathrm{d}z}\right)_a = \frac{r_0}{P} \tag{5}$$

$$\left(\frac{\mathrm{d}r}{\mathrm{d}z}\right)_b = -\frac{r_0}{B} \tag{6}$$

在透镜范围 $a \sim b$ 以外，场强迅速减弱，可以近似地认为 H 的数值为零，故可将积分限由 $a \sim b$ 扩展到 $\pm\infty$ 从而可得：

$$\frac{1}{P} + \frac{1}{B} = \frac{e}{8mU}\int_{-\infty}^{+\infty} H_z^2 \mathrm{d}z = \frac{1}{f} \tag{7}$$

设 P 为 ∞ 时，则 $B = f_b$ 是像方焦距。当 B 为 ∞ 时，$P = f_o$ 为物方焦距。可以认为短磁透镜为薄透镜，其物方和像方主平面与其中心平面重合。这样物和像的位置都应从中心平面算起，可以得到：

$$\frac{1}{f} = \frac{0.022}{U}\int_{-\infty}^{+\infty} H_z^2 \mathrm{d}z \tag{8}$$

式中，f 的单位为 cm。

需要指出的是，式 3、式 8 是假设焦距比磁场轴向范围大得多的情况下导出的，即对短弱磁透镜是适用的，对于强磁透镜，由上式得出的结果只能是定性的。

在实验工作中，为了获得给定焦距，须要知道励磁安匝数与焦距的关系，对于半径为 R，载有电流 I 的单匝环形线圈，轴上磁场 H_z 由下式决定：

$$H_z = \frac{2\pi R^2 I}{(Z^2 + R^2)^{3/2}} \tag{9}$$

把式 9 代入式 8：

$$\frac{1}{f} = \frac{e}{8mU}\int_{-\infty}^{+\infty} H_z^2 \mathrm{d}z = \frac{\pi^2 R^4 I^2}{2mU}\int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\mathrm{d}z}{(z^2 + R^2)^3} = \frac{3\pi^2}{16}\frac{e}{mUR}I^2$$

如果是密集绕制的 N 匝，则应以乘积 NI 代替 I，由此得：

$$\frac{1}{f} = \frac{3\pi^3}{16}\frac{e}{mUR}(NI)^2 \tag{10}$$

上述线圈 H_z 值随 Z 值的增大下降很慢，如当 $Z = 2R$ 时，磁场强度仅降为线圈中心

最大值的1/10。因此，在一定情况下，这种透镜未必能看成是短的，然而由式8和式10，仍可以得出以下结论：

（1）不论磁场（或线圈）电流方向如何，其积分值恒为正，因此短线圈为会聚透镜。

（2）透镜的光焦度$1/f$与H_z的平方成正比，因此，沿轴磁场H_z越大，f越短，当H稍有变化时，f将大幅度改变。因此，可借助调节线圈电流改变透镜的焦距，这给实际应用带来极大方便。

（3）焦距与加速电压即与电子速度有关，电压越高，电子速度越大，焦距也越长。因此在电子显微镜中要求加速电压高度稳定，以减小透镜焦距的变化，降低色差，得到高质量的电子像。

从上述焦距公式还可看出，似乎增加安匝数（IN），加大励磁，获得强的轴向磁场H_z就能无限制地缩小焦距。但实际上，焦距小到一定程度，焦点落到磁场中，电子可能发生多次聚焦，像的质量变坏，没有任何实际意义。

2. 球差矫正器

对加速电压一定的电子显微镜而言，其分辨率主要受成像系统的像差，特别是物镜球差的影响。根据传统的相衬度理论，透射电子显微镜的点分辨率被定义为在最佳欠焦条件（Scherzer defocus）下的可分辨且可解释的最小结构细节，由物镜球差所决定：

$$\Delta r_0 = 0.49 C_s^{\frac{1}{4}} \lambda^{\frac{3}{4}}$$

式中，C_s是物镜球差系数；λ是电子束波长。不难看出，提高透射电子显微镜点分辨率的直接办法是降低电子束波长和减小物镜球差。在近十几年期间，主要是通过提高透射电子显微镜加速电压来提高其分辨率的。对200kV加速电压的现代透射电子显微镜，其点分辨率可在0.19～0.25nm，如将电压提高到1000kV，就可获得近于0.1nm的点分辨率。

早在1943年，Scherzer曾提出用四极～十极电磁系统来校正球差和色差。基于Rose的理论计算，Koops、Hely等在原理上展示了多极校正器校正球差的作用。但实现多极校正器的制作却经历了漫长的路程。直到最近，Heiderr等才成功地制造出六极校正器系统来补偿200kV透射电子显微镜的球差，为提高透射电子显微镜点分辨率开辟了一条全新的途径。

物镜球差校正可由两组六极电磁透镜来实现，其光学原理是：（1）由第一组六极电磁透镜所产生的非旋转对称的二级像差可被第二组六极电磁透镜补偿；（2）由于这六极电磁透镜具有的非线性衍射本领，它们也会产生附属的旋转对称三级球差，但是这种附属三级球差系数的符号与物镜球差系数的相反，相应地施加合适的激励强度（电流）就可完全补偿物镜的球差。在实际应用中，物镜球差校正系统是一置于物镜之后由两组六极电磁透镜及两组附加传递双合圆形透镜组成的近消球差物镜（semi-aplanatic

objective lens system)，如图 2 所示。这个系统不仅可以消除物镜球差，也可消除旁轴慧散（off-axialcoma）及由对中所引起的附加轴向像差（parastic axial aberrations)。为了消除旁轴慧散中各向同性分量，物镜及球差校正系统的无慧散平面（N_0）必须重合，这通过第一组传递双合圆形透镜来实现。为减小旁轴慧散中方位角（azimuthal）的各向异性分量，第一组传递双合圆形透镜的电流方向被设计成与物镜电流相反。这样，旁轴慧散可被降至最小。第二组传递双合圆形透镜是用来将第一组六极电磁组零放大地倒映在第二级六极电磁组上，以便完全消除六极电磁组的二级像差。同时，系统的球差也被六极电磁透镜附属的、负的三级球差所补偿。

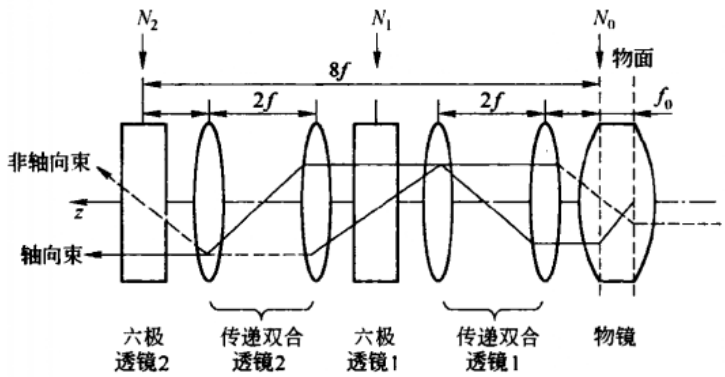


图 2 物镜球差校正示意图

f_0—物镜焦距；f—传递透镜焦距；N_0、N_1、N_2—交结面

上述物镜球差校正系统已装入 200kV 透射电子显微镜并成功地运行。装入球差校正系统后，电子显微镜的点分辨率由原来的 0.24nm 提高到 0.13nm。

2　透射电子显微镜

透射电子显微镜的主体是电子光学部分，由照明、成像和观察－记录3个系统组成。照明系统包括电子枪和聚光镜，提供光源；成像系统包括物镜、中间镜和投影镜，实现放大成像和电子衍射；观察－记录系统包括荧光板和相机，用于观察和照相。主要学习内容：透射电镜的一般结构，三极电子枪，物镜成像原理，图像放大与电子衍射，电子衬度，电子显微镜的分辨率。

透射电子显微镜（TEM，Transmission Electron Microscope）是以电子束作光源，用电磁透镜聚焦成像的电子光学仪器。其放大倍数可达到100万倍以上。透射电镜由电子光学部分、真空部分和电源电器控制部分组成。真空部分的主要部件有真空泵、真空规和真空阀，为电子束稳定工作提供高真空、超高真空环境，保证电子自由程，避免灯丝、试样的损伤。电子显微镜工作时，整个电子通道处于真空状态。电子枪、镜筒和照相室之间装有真空阀，各部分可单独抽真空。在更换灯丝、装/取样品、清洗光阑和更换底片时，可不破坏其他部分的真空状态。

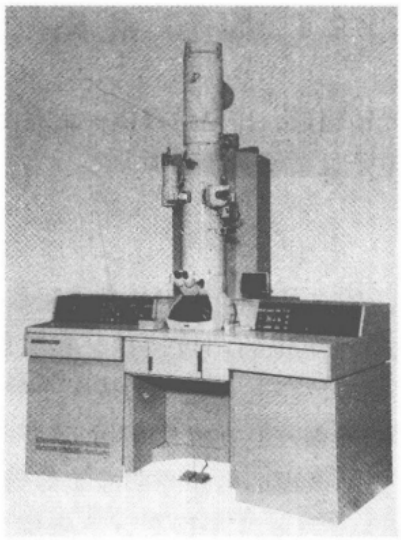


图2-1　JEOL－2010FE电子显微镜

电器部分提供电源和电子显微镜的控制单元。电子光学部分是电镜的主体，包括照明系统、成像系统和观察－记录系统，分别有提供光源、成像与衍射和观察－照相功能。图 2-1 是一种透射电镜的外观图片，图 2-2 是三级放大的透射电镜电子光学部分的一般结构图。

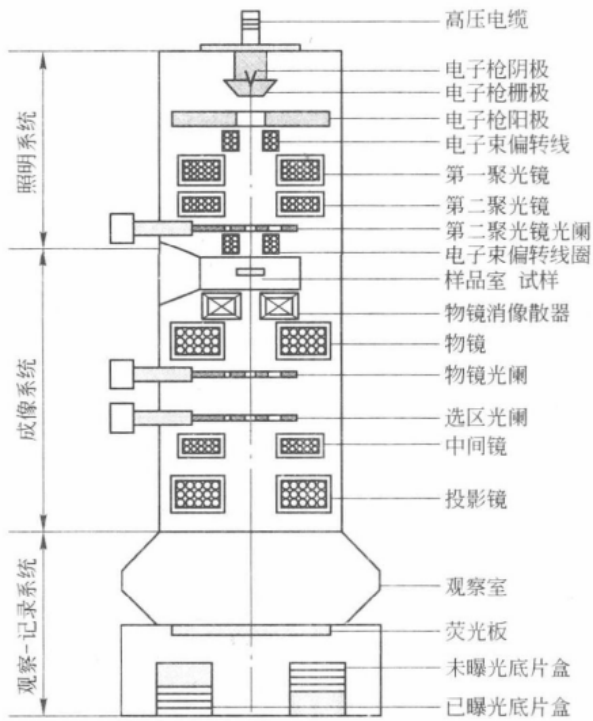


图 2-2 TEM 电子光学部分一般结构图

2.1 照 明 系 统

照明系统由电子枪和聚光镜组成，作用是提供一束亮度高、照明孔径角小、平行度好、束流稳定的电子束作为电子显微镜的照明源。

2.1.1 电子枪

电子枪是透射电子显微镜的电子源。常用的是热阴极三极电子枪，它由发夹形钨丝阴极、栅极帽和阳极组成。电子枪的阳极接地，栅极和阴极位于负电位，栅极的电位比阴极负。电位的这种分布，在电子枪中形成一个静电场，图 2-3 是这种电子枪的结构示意图，枪内等电位面分布及电场的聚焦状态如图 2-3 所示。在电位面中与阴极电位相等的面称为 0 位面，即该面的电位与阴极钨灯丝电位差为 0，相对于这个点位考量电位面，在其上方的电位为负，在其下方的电位为正。这个静电场就是一个静电透镜。

运动电子在静电场中会受到电场力的作用，电子在电场力作用下聚焦可用图 2-4 说

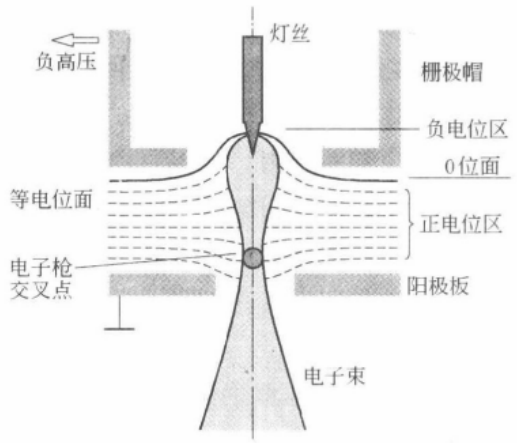


图 2-3 三极电子枪结构原理图

明。图中 U_1 和 U_2 为两个等电位区，$U_2 > U_1$，电场强度 $\boldsymbol{E}$ 的方向由 U_2 指向 U_1，电荷所受的作用力 $\boldsymbol{F}$ 与 $\boldsymbol{E}$ 反向。当电子以 $\boldsymbol{V}_1$ 速度通过界面 $A-B$ 进入 U_2 等电位区时，$\boldsymbol{V}_1$ 可分解为水平分量 $\boldsymbol{V}_{t1}$ 和垂直分量 $\boldsymbol{V}_{n1}$；电子越过 $A-B$ 界面后，$\boldsymbol{V}_1$ 变为 $\boldsymbol{V}_2$，两个分量分别为 $\boldsymbol{V}_{t2}$ 和 $\boldsymbol{V}_{n2}$。可以看出，$\boldsymbol{V}_{t1}$ 在通过 $A-B$ 区时，不受电场力的作用，故它的方向和大小并无变化，因此 $\boldsymbol{V}_{t1} = \boldsymbol{V}_{t2}$，但是 $\boldsymbol{V}_{n1}$ 在通过 $A-B$ 区时，由于电子受到电场力 $\boldsymbol{F}$ 的作用，使 $\boldsymbol{V}_{n1}$ 增大至 $\boldsymbol{V}_{n2}$，因此由 $\boldsymbol{V}_{n2}$ 和 $\boldsymbol{V}_{t2}$ 合成的 $\boldsymbol{V}_2$，其方向更靠近 $A-B$ 区法线的方向，且 $|\boldsymbol{V}_2| > |\boldsymbol{V}_1|$。可知电子从低电压区进入高电压区时，发生了折射并且电子的速度也增加。

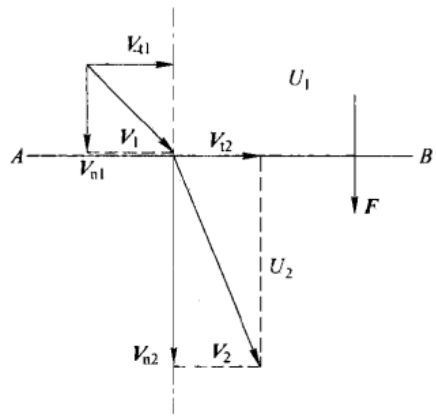


图 2-4 静电场中等位面对电子的折射

电子枪工作时，钨灯丝被加热，钨丝中的自由电子热运动加剧，处于钨丝表面的自由电子在负电位处被抑制，在正电位处的被加速离开钨丝表面，进入由一系列正电位面构成的静电场——静电透镜中。这些电子在静电透镜中，经过一系列正的等电位面，被不断折射、加速，最终在阳极孔附近汇集成一个交叉点，电子汇聚成电子束。这里阴极和阳极之间的电压也是电子的加速电压。电子交叉点直径约几十个微

米，这就是电子显微镜的光源，通常称为电子源，用束流的大小表征电子束的电子数量，束流越大，电子数量越多，在后续照明、成像过程中越有利，束流是衡量电子枪性能的重要指标。

这种三极电子枪还具有稳定束流的作用。图 2-5 为电子枪的自偏压回路说明，负的高压直接加在栅极上，而阴极和负高压之间加上一个偏压电阻 R，使栅极和阴极之间有一个数百伏的电位差。因为栅极比阴极电位更负，可以用栅极来控制阴极的发射电子有效面积。当阴极流向阳极的电子数量加大时，在偏压电阻两端的电位值增加，使栅极电

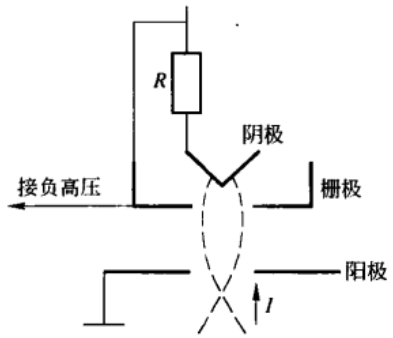


图 2-5 电子枪的自偏压回路

位比阴极进一步变负，0 位面下移，处于正电位面中、发射电子的灯丝有效面积减小，束流 I 随之减小。如束流因某种原因而减小时，偏压电阻两端的电压随之下降，使栅极和阴极之间的电位接近，0 位面上移，灯丝有效发射区域面积增大，束流 I 增加。由此，自偏压回路起到稳定束流的作用。

2.1.2 聚光镜

聚光镜用来汇聚电子枪发射出的电子束，以减少照明亮度损失，调节照明强度、孔径角和束斑大小。现代电镜一般都采用双聚光镜系统，如图 2-6 所示。第一聚光镜是强

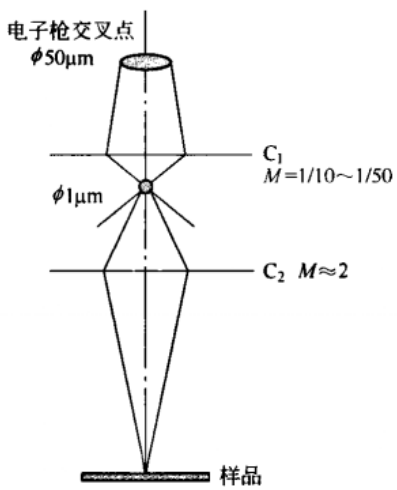


图 2-6 电镜的双聚光镜系统

激磁透镜，束斑缩小率约为1/10～1/50，将电子枪交叉点束斑直径由50μm左右缩小到1～5μm，这个束斑距离 C_1 很近，为了提供有效的样品空间，加入第二聚光镜。第二聚光镜是弱激磁透镜，放大倍数为1～2倍左右。结果在样品平面上可获得直径为2～10μm的照明电子束斑。由于 C_2 的焦距较长，这一束斑距离 C_2 透镜较远，因而为加入倾斜、拉伸以及加热等样品台提供了足够的空间。

2.2 成像系统

成像系统主要由物镜、中间镜和投影镜组成。

2.2.1 物镜及成像原理

2.2.1.1 物镜

物镜是用来形成第一幅高分辨率电子显微图像和电子衍射花样的透镜。透射电子显微镜分辨本领的高低主要取决于物镜。因为只有物镜“看到”的细节才能被成像系统中其他透镜进一步放大。要获得物镜的高分辨率，要采用强激磁、短焦距的透镜，并尽可能降低像差。物镜的放大倍数较高，一般为100～300倍。目前，高质量物镜的分辨率已经达到0.1nm左右。

强磁透镜的基本结构是在短线圈的外部包上铁壳并安装上极靴，通以强电流。图2-7是这种基本结构的原理图。

包铁壳和加极靴的目的是提高透镜磁感应强度 B，得到短焦距。线圈外围包铁壳后，导线外围的磁力线都在铁壳中集中，在软磁壳的内侧开一道环状的狭缝（图2-7a），磁力线在狭缝处向真空中发散形成磁场，就是磁透镜。与短线圈相比，这种结构使大量磁力线集中在缝隙附近的狭小区域之内，增强了磁场的强度，也进一步缩小磁场的轴向宽度。在此基础上，在铁壳环状狭缝处安装上一对顶端成圆锥状的导磁体，称为极靴，磁力线由铁壳内进入极靴得到进一步集中，在极靴孔附近发散至真空中，其磁场强度 B 进一步提高，可以得到很小的焦距（图2-7b），图2-7c是三种透镜磁场强度的分布特征，可见带极靴透镜的磁场强度大幅度提高。近代磁透镜的焦距可达到1mm以下。极靴由高导磁材料制成，其形状、加工精度和磁畴排列对电镜的分辨率都有极大影响，因而是电镜的核心元件（图2-7d）。

在物镜线圈中加上大电流，就成为短焦距的强磁透镜。透镜成像时在几何关系上，符合成像公式：

$$\frac{1}{f}=\frac{1}{L_1}+\frac{1}{L_2} \tag{2-1}$$

式中，各符号的意义同前。在电镜中，物镜至样品之间的距离是固定不变的（即物距 L_1 不变）。因此成像时改变物镜放大倍数，靠改变物镜的焦距和像距（即 f 和 L_2）来满足成像条件。成像的物理过程可由阿贝原理说明。

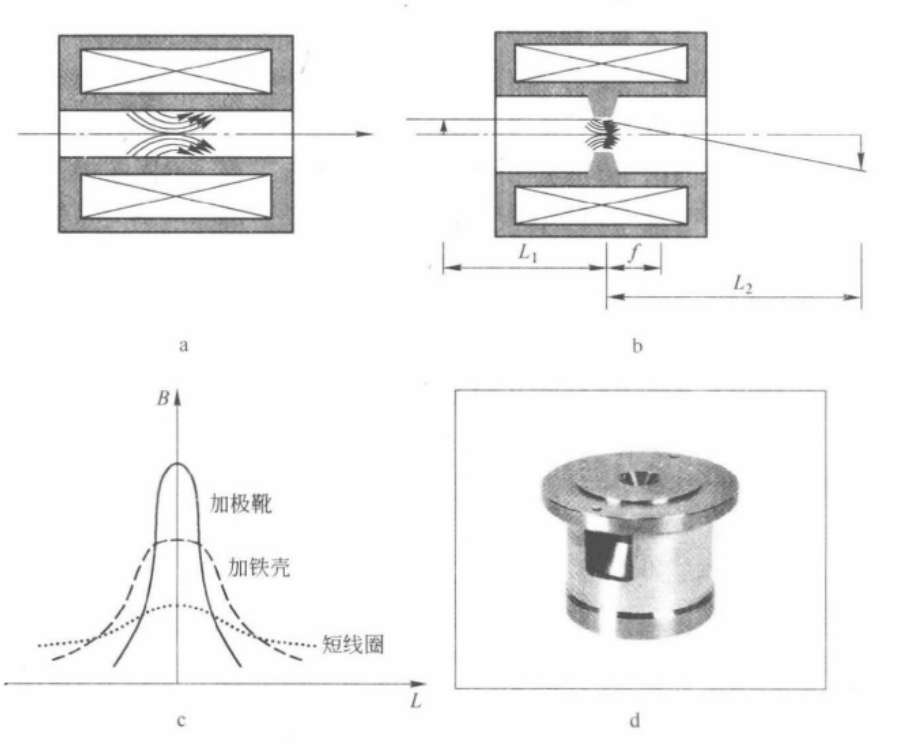


图 2-7 强磁透镜的基本结构及磁场强度分布

a—铁壳包裹透镜；b—带极靴透镜；c—三种透镜的磁场强度分布；d—JEOL2010TEM 物镜极靴

2.2.1.2 物镜成像原理

1874 年，德国人阿贝（E. Abbe）从波动光学的观点提出了一种成像理论。按照这一理论，物镜的成像过程是：（1）入射束与周期结构试样作用，形成一系列平行束；（2）各平行束在物镜的后焦面交于一点，各点为子波源发射子波；（3）各子波在像平面干涉成像。图 2-8 是成像原理示意图。

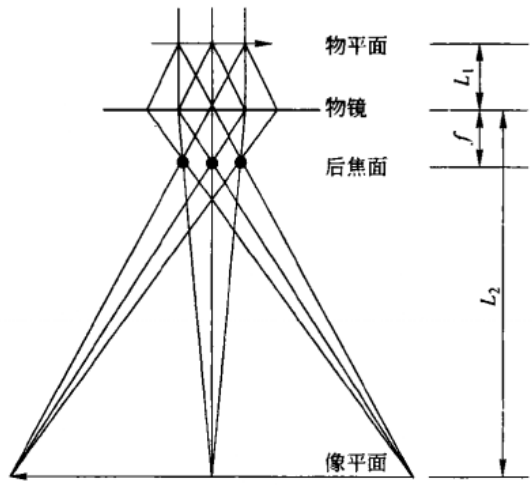


图 2-8 物镜成像原理

阿贝（E. Abbe）指出，从物体发出的光发生夫琅和费衍射（Fraunhofer diffraction），在透镜的后焦平面上形成其傅里叶频谱图，应着重说明的是，该频谱是样品结构的倒易变换。

2.2.2 中间镜和电子衍射

2.2.2.1 中间镜

中间镜是一个弱透镜，其焦距较长，并且激磁电流可以改变，通过调节激磁电流可改变放大倍数。一般情况下中间镜的放大倍数在0～20倍之间。中间镜的倍数不高，但在电镜中起到重要作用。首先是可以方便地改变电镜的放大倍数，图2-9是三级放大电子显微镜高倍放大和低倍放大的示意图。

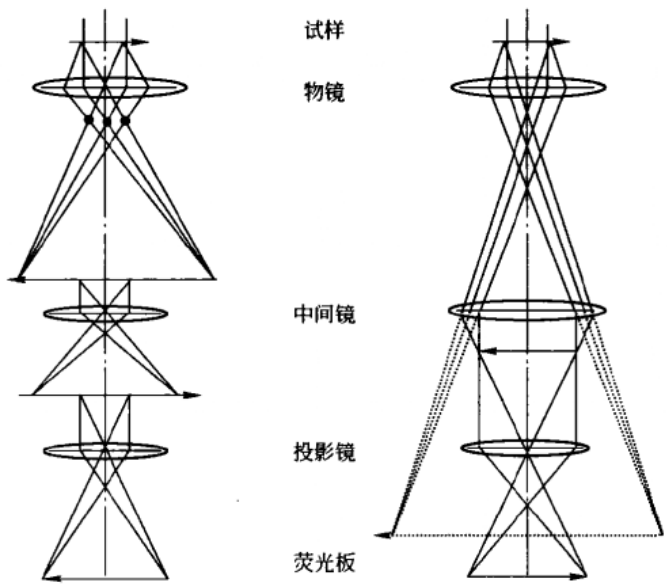


图2-9 三级放大电子显微镜的高倍放大和低倍放大

中间镜放大倍数 $M_I > 1$ 时，中间镜起放大作用；当 $M_I < 1$ 时起缩小作用。由于电镜的放大倍数 $M = M_O \times M_I \times M_P$（物镜、中间镜和投影镜放大倍数的乘积）。在电镜操作过程中，主要是利用中间镜的可变倍率来控制电镜的总放大倍数，可以实现从几千倍到上百万倍的方便转换。如果关闭物镜，用中间镜代替物镜，放大倍数可低至数百倍。

2.2.2.2 电子衍射

中间镜的另一重要功能是可以极其方便地转换成像模式和电子衍射模式，其转换方式如图2-10所示。在观察和衍射两种模式中，荧光板位置不变且投影镜是固定励

磁，所以投影镜的焦距、物距和像距不变；试样不动且物镜固定励磁，所以物镜的焦距、物距和像距不变。在图像观察模式下，中间镜像平面和投影镜物平面重合，其物平面和物镜像平面重合，在荧光板上得到电子图像。转换到衍射模式时，要降低中间镜电流，其焦距拉长，由于中间镜的像距不变（同投影镜的物平面重合），所以中间镜的物距变长，这样其物平面就从物镜的像平面处上移到物镜的后焦面，此时物镜后焦面的衍射谱成为中间镜的“物”，被放大后传递给投影镜，于是在荧光板上得到电子衍射花样。

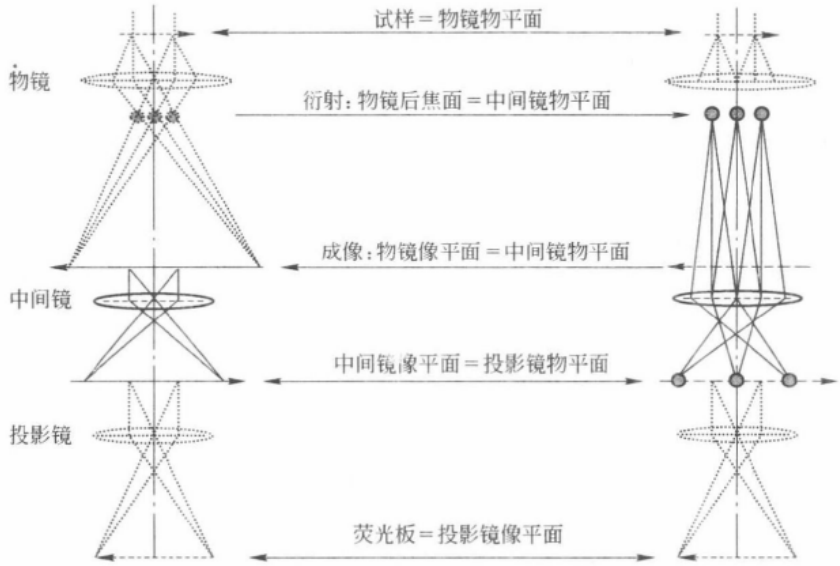


图 2-10 成像模式和衍射模式的中间镜转换

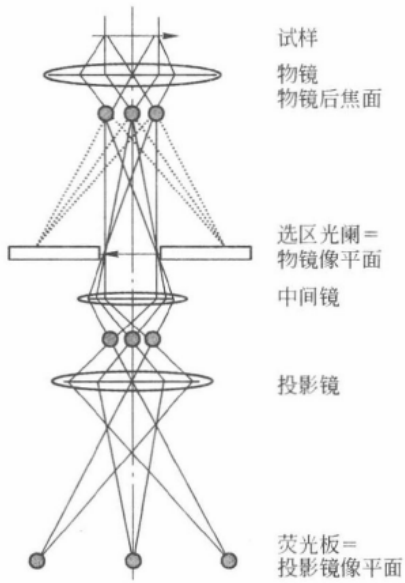


图 2-11 电镜中的选区衍射

一般的电子显微镜，都在物镜的像平面（中间镜物平面）位置处加入一个光阑，光阑孔的直径是分挡可变的，称为选区光阑，其作用是只让通过光阑孔的一次像所对应的样品区域提供衍射花样，从而对该微区的晶体结构进行分析，这就是选区衍射操作，见图 2-11。选区操作的关键是要保证选区光阑、物镜像平面严格重合，否则会使选择区域以外的试样信息进入到衍射花样中来，形成所谓选区衍射误差。

2.2.3 投影镜

投影镜的作用是把经中间镜放大/缩小的像/电子衍射花样进一步放大，并且投影到荧光板上。它和物镜一样，是一个短焦距的强磁透镜。投影镜的励磁电流是固定的，因为成像电子束进入投影镜时孔径角很小（约 1～5rad），因此它的景深和焦长都非常大。即使改变中间镜的放大倍数，显微镜的总放大倍数有很大变化，也不会影响图像的清晰度。有时，中间镜的像平面还会出现一定的位移，由于这个位移距离仍处于投影镜的景深范围之内，可保持在荧光屏上的图像依旧清晰。

2.3 观察－记录系统和衬度

2.3.1 观察－记录系统

这一系统包括荧光板和照相机构。荧光板是荧光粉沉积在金属板上制成的，一般是黄绿色的荧光粉，在电子束的照射下发出黄绿色可见光。电子激发点发出可见光的强弱同到达该点的电子数多少相关，不同强度的电子束在荧光板上形成各种衬度像。

在荧光屏下面放置一个可以自动换片的照相暗盒。照相时只要把荧光屏垂直竖起，电子束即可使照相底片曝光，在底片上记录下各种衬度像。在这一位置也可以装入 CCD 得到数字像，实现透射图像/衍射花样在计算机上的离镜显示。由于透射电子显微镜的焦长很大，虽然荧光屏和底片（CCD）之间有数十厘米的间距，但仍能保证图像清晰。

透射电镜像的电子衬度由试样种类、成像方式决定，主要有质厚衬度、衍射衬度和相位衬度三种。

2.3.2 衬度

2.3.2.1 质厚衬度

由于试样的厚度、构成物质不同形成的衬度，主要来自于复型试样。试样厚度不同、组成试样物质的原子序数不同，使入射电子散射角不同。用物镜光阑挡掉大角度散射电子只用近轴电子成像，这时得到的衬度就是质厚衬度。图 2-12 是质厚衬度形成的

示意图和质厚衬度像。

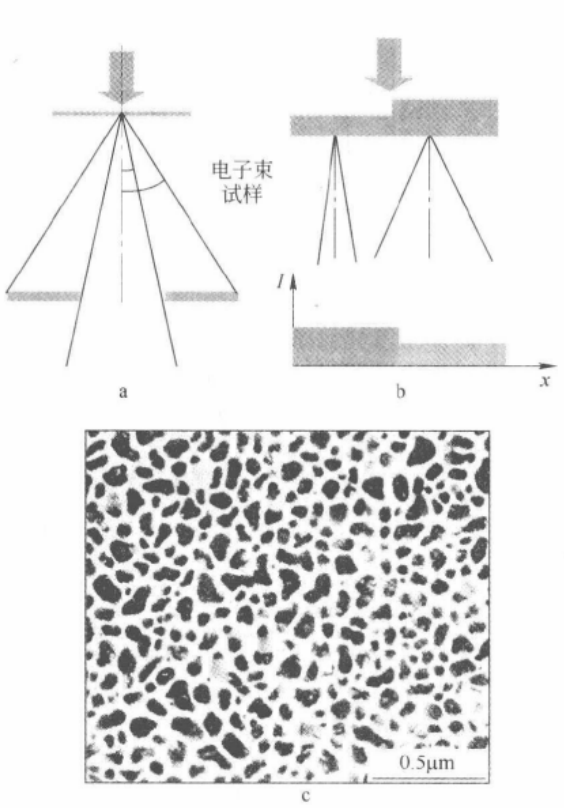


图 2-12 质厚衬度的形成

a—电子束透过试样发生散射，散射电子有不同的散射角；

b—试样厚的区域电子散射角大；c—碳支持膜上溅射 Au 试样的质厚衬度像

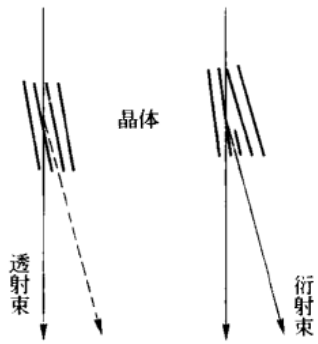
2.3.2.2 衍射衬度

主要来自晶体试样，用单束成像方式获得。晶体试样同电子束的关系符合布拉格条件程度不同，严格符合布拉格条件时衍射强度高，偏离布拉格条件强度低，由此形成的衬度是衍射衬度。图 2-13 是衍射衬度形成的示意图和衍射衬度像。

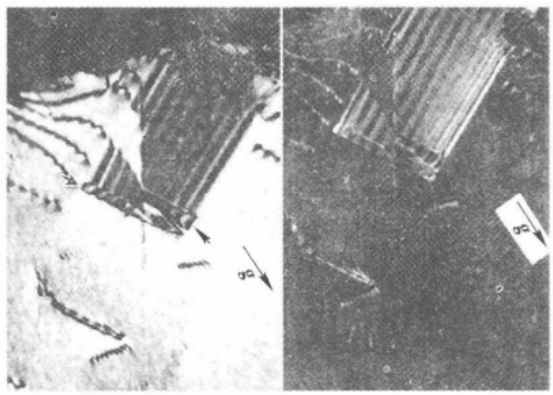
2.3.2.3 相位衬度

试样各点散射波的位向改变使合振幅增大形成的衬度，主要来自薄晶体试样，用多束成像方式获得。图 2-14 是相位衬度形成的示意图和相位衬度像。

图 2-14a 为薄晶体中各原子散射波在像平面的干涉。由于各散射波之间的相位角 Φ 较大，并且试样薄散射波少，各支波在像平面按照相位角的合成得到的合波振幅 Σ 较小，即波的强度低不能形成可见衬度。在离焦（欠焦和过焦）条件下，同正焦的像平面处相比，各支波产生波程差 δ，导致相位角改变（$\Phi = 2\pi\delta$），在最佳离焦条件下，相位角 Φ' 显著变小，合波振幅 Σ 增大，即波的强度增加，形成可见衬度，称为相



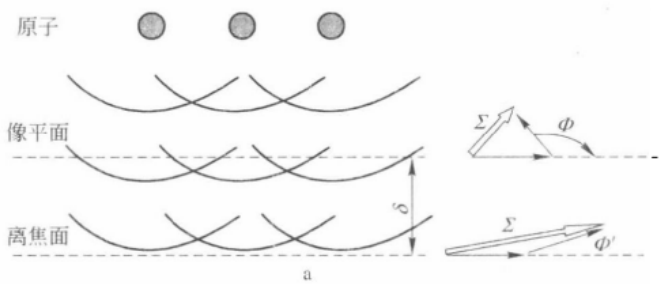
a b



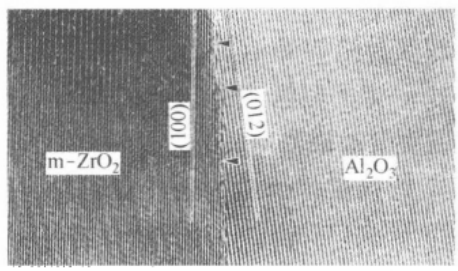
c

图 2-13 衍射衬度的形成

a—晶面不符合布拉格条件，电子束透过试样不发生衍射；
b—晶体缺陷导致晶面倾斜，符合布拉格条件发生衍射；
c—合金的明场像和暗场像，衍射衬度显示出晶体缺陷，图中的缺陷是位错和层错



a



b

图 2-14 相位衬度的形成

a—在离焦面合振幅增强；b—晶格像

位衬度；图 2-14b 为 ZrO_2 和 Al_2O_3 在 Scherzer 条件（最佳离焦量）形成的相位衬度像。

2.4 主要部件的结构和工作原理

2.4.1 样品台和双倾台

2.4.1.1 样品台

样品台是装载试样放入电镜中的基本部件，用于装入薄试样在电镜中观察。由于对各类试样要进行多种观察，对样品台提出了很高的要求。当前应用的样品台主要有单向倾斜台、双向倾斜台、拉伸台、加热台、冷却台等。图 2-15 是不同功能的透射电镜试样台。

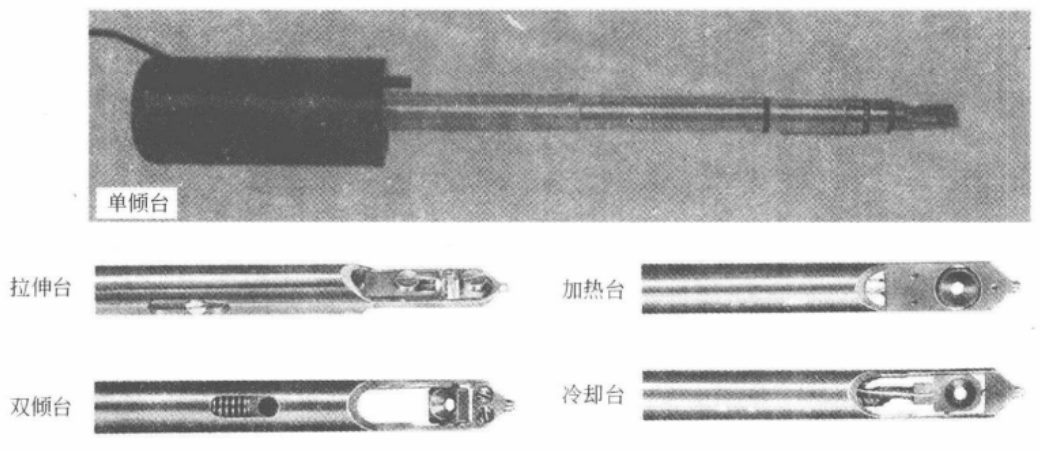


图 2-15 不同功能的透射电镜试样台

2.4.1.2 双倾台

双倾台是电镜中应用较多的样品台，主要功能是能对试样在 x、y 两个方向上倾斜，保证电子束能从不同位向照射晶体，得到多个晶带的衍射花样，从不同位向观察晶体结构和各类缺陷。图 2-16b 是双倾台结构的示意图。双倾台的前端可装载直径为 3mm 的圆片薄样品，样品正好位于电子束的照射位置上，它的水平轴线 x 轴和镜筒的中心线 z 垂直。步进电机带动样品杆围绕着 x 轴双向转动，ϕ3mm 的圆片样品绕 x 轴正－负倾斜。在与 x 轴垂直的方向上，装载圆片试样的机构装有独立的 y 轴，由另外的步进电机驱动，使试样围绕 y 轴作正－负倾斜。x 轴、y 轴的倾斜角度可直接在分度盘上读出。在晶体结构分析中，利用样品倾斜可以测定晶体的位向、惯习面以及基体和析出相的位向关系等。

其他常用的试样台还有拉伸台、加热台和冷却台。拉伸台的手柄中有步进电机，可

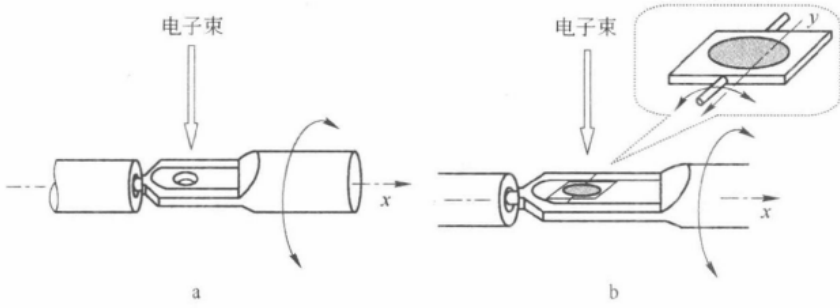


图 2-16 透射电子显微镜试样台倾斜机构示意图

a—单倾台；b—双倾台

以通过脚踏开关控制进行试样拉伸。加热台由电阻丝加热，通过控制加热电流的大小，使试样达到不同的温度；冷却台由半导体制冷器控制，通过控制电流实现试样的制冷。这类样品台，可以进行原位观察（in situ observation）。在设定条件下，试样发生断裂或相变时，可以观察和记录下动态过程。

2.4.2 电子束倾斜和平移装置

电子显微镜都带有电磁偏转器。电磁偏转器由上、下两个偏转线圈组成，在线圈中分别通入大小、方向可调的电流，产生磁场使电子束受到力的作用，从而使入射电子束平移和倾斜。图 2-17 为电子束平移和倾斜的原理图。图 2-17 中，上、下两个偏转线圈是联动的，如果上、下偏转线圈使电子束偏转的角度相等但方向相反，电子束会进行平移运动，见图 2-17a，电子束在荧光板的投射点平移了距离 S。

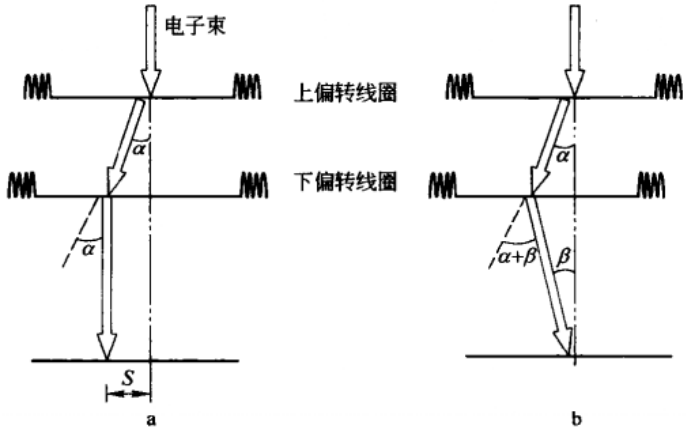


图 2-17 电子束倾斜和平移示意图

如果上偏转线圈使电子束顺时针偏转 α 角，下偏转线圈使电子束逆时针偏转 β 角，则电子束相对于原来的入射方向倾斜了 $\alpha+\beta$ 角，且入射点的位置不变，这样就改变了

电子束对试样的入射角度，见图2-17b，对于电子束原投射点，电子束倾斜了β角。电镜观察中使电子束的倾斜和平移是经常性的工作，可以进行亮度对中、成中心暗场像等操作。

2.4.3 消像散器

消像散器一般由两组电磁体组成，电磁体用大小、方向可调的电流控制产生不同的附加磁场，附加磁场和椭圆畸变磁场按照场叠加原理复合，校正椭圆畸变磁场。图2-18中四对电磁体分两组排列在透镜磁场的外围。每对电磁体均采取同极相对的方式放置，通过调整这两组电磁体电流I_1和I_2的大小和方向，可以改变电磁体的激磁强度和磁场方向，把原有的椭圆形磁场校正成旋转对称磁场，达到消除像散的目的。消像散器一般安装在透镜的上、下极靴之间。

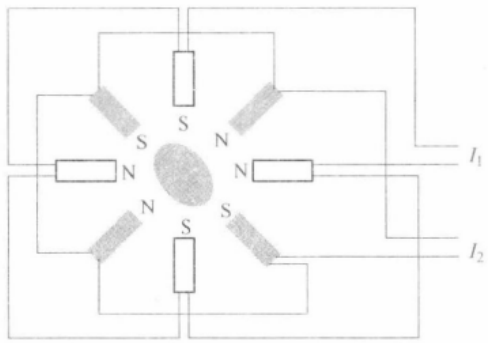


图2-18 消像散工作原理

2.4.4 光阑

透射电子显微镜的各透镜都有光阑，使用中经常操作的三个光阑是第二聚光镜光阑、物镜光阑和选区光阑。这三个光阑都是可动光阑，用无磁金属材料（一般是Mo）制成，光阑片上有大小不同的四个光阑孔。光阑孔加工精度要求很高，由光阑支架分挡推入镜筒，也可平移支架改变光阑孔的位置。

（1）第二聚光镜光阑安装在第二聚光镜的下方，作用是限制照明孔径角。光阑孔的直径为20～400μm。作一般分析观察时，聚光镜的光阑孔直径可用200～300μm；如果作微束分析时，则应采用小孔径光阑。

（2）物镜光阑位于物镜的后焦面处。常用物镜光阑孔的直径是20～120μm。电子束通过薄膜样品后会产生散射和衍射，散射角（或衍射角）较大的电子被光阑挡住，不能继续进入镜筒成像。从而在像平面上形成具有可见衬度的图像。光阑孔愈小，被挡去的电子愈多，图像的衬度就愈大，所以物镜光阑又称做衬度光阑。加入物镜光阑使物镜的孔径角减小，能减小像差，得到质量较高的显微图像。物镜光阑的另一个主要作用是在后焦面上套取衍射束的斑点成像，称为暗场像。通过明、暗场显微照片的对照，可以方便地进行晶体缺陷分析。

（3）选区光阑位于物镜的像平面、也是投影镜的物平面位置，光阑孔的直径 20 ~ 400μm。可通过移动手柄在图像上选择感兴趣的区域，对这个微区进行电子衍射分析，称为选区衍射。

2.5 分辨率的测定

分辨率是电子显微镜的核心性能，一台新电镜安装后都以分辨率作为主要验收指标。

2.5.1 晶格分辨率

电子束透过超薄晶体试样，不能形成有效质厚衬度。选择透射束和 1 ~ 2 支衍射束成像，在像平面处，透射束和衍射束之间只存在较小位相差，不能形成可见相位衬度。这时调整透镜电流使像平面处于离焦状态，透射束和衍射束的位相差随之改变，使合波的振幅增大，在像平面得到一组严格平行的条纹，即为相位衬度像，通常称为高分辨像。条纹反映了晶面间距大小和晶面位向，称为晶格像。

图 2-19 是定向生长的金薄膜的晶格像，选择的成像束是 000，200 和 220，图中有标记的条纹与（200）面对应，其面间距为 0.204nm。电镜能够给出的最小晶面的晶格像，其面间距为电镜的晶格分辨率。

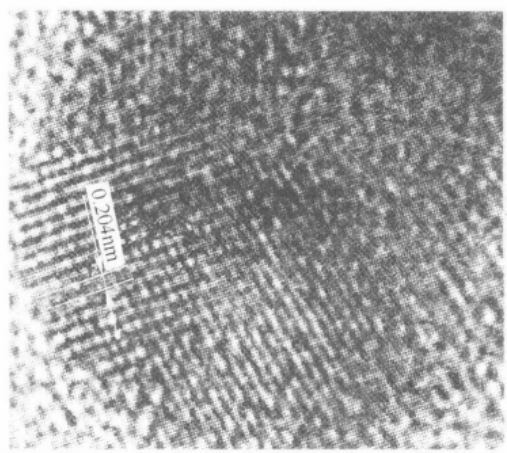


图 2-19 金单晶体的晶格像

2.5.2 点分辨率

点分辨率的大小等于透射电镜放大图像中，两个独立颗粒边缘之间的最小间距。传统方法测定点分辨率，是用铂或其他重金属在真空中加热使之蒸发到超薄碳支持膜上，一般可以得到直径为 0.5 ~ 1.0nm 的重金属颗粒，其间距约在 0.2 ~ 1nm 的范围内。重金属颗粒的密度大、熔点高、稳定性好，成像时有足够强的反差。在摄得

金属颗粒的电镜照片后，经光镜再放大5～10倍，在照片上找出距离最小的粒子间距（刚能分清的间距），除以总放大倍数（电子显微镜和光学放大倍数的乘积），得到的长度就是电镜的点分辨率。但这种方法受电镜放大倍数和照片上颗粒指认的影响，误差较大。

当前的点分辨率测定通过带有非晶颗粒和Au晶体的高分辨像作傅氏变换（或衍射花样）来进行。图2-20是测定点分辨率的图片。图片为高分辨像，无序点状衬度为非

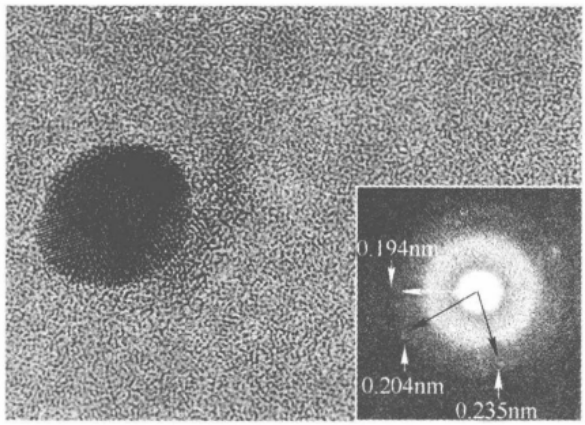


图2-20 点分辨率的测定

晶体，晶格像来自于Au单晶体；右下图是整个图像的傅氏变换，其中斑点与Au的平行等距的晶面组对应，非晶环与非晶体对应。已知Au晶体的{200}面间距为0.204nm，测量200斑点的半径同非晶环的半径比，可以计算出非晶颗粒最小的间距，就是电子显微镜的点分辨率。

思 考 题

2-1 说明三极电子枪的结构和功能。

2-2 聚光镜、物镜、中间镜和投影镜各自具有什么特点？

2-3 消像散器的作用和原理是什么？

2-4 第二聚光镜光阑、物镜光阑和选区光阑在电镜的什么位置？各具有什么功能？

2-5 分别说明成像操作与衍射操作时，各级透镜像平面与物平面之间的相对位置关系，画出光路图。

2-6 何谓衬度？TEM能产生哪几种衬度像？与哪些因素相关？

2-7 点分辨率和晶格分辨率在意义上有何异同？

扩充学习——电子枪亮度和场发射电子枪

1. 电子枪亮度

电子枪的亮度即所发射电子束的电流密度大小，是衡量电子枪性能高低的指标。高

亮度电子枪对纳米级分析至关重要。早期的三极电子枪以钨做灯丝，为了提高亮度，近代研发了 LaB_6 灯丝，其电流密度由钨灯丝的 $10^5 A/cm^2$，提高到 LaB_6 的 $10^6 A/cm^2$，图 1 是钨灯丝和 LaB_6 灯丝，虚线环中是电子发射体。

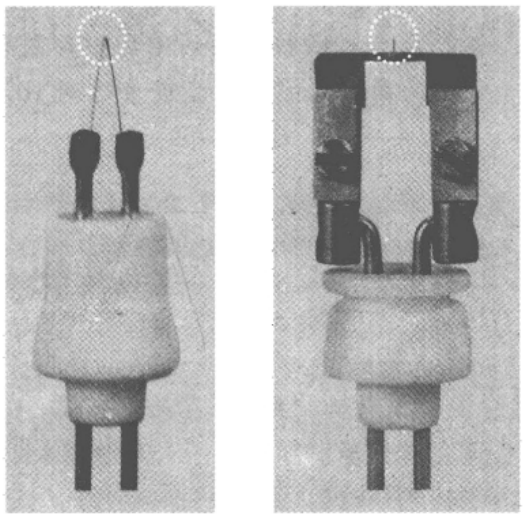


图 1　两种电子枪的发射体及亮度

a—钨灯丝（$10^5 A/cm^2$）；b—LaB_6（$10^6 A/cm^2$）

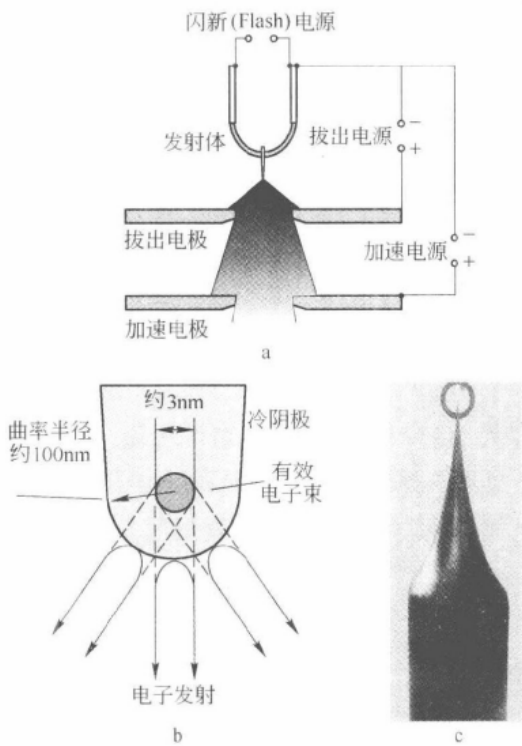


图 2　冷场发射电子枪

a—结构示意图；b—发射体的有效电子束；c—发射体（$10^8 A/cm^2$）

2. 场发射电子枪

为进一步提高电子枪亮度，近期发展了场发射电子枪，见图2。场发射电子枪的结构是在灯丝和阳极之间加入一个拔出电极并施加电压，发射体中的电子在电场力作用下从发射体中发射，在阳极和拔出极之间的电场中形成束流，其有效电子束的直径可缩小到3nm。由于电子的高度集中，其亮度可达到$10^8 A/cm^2$，比钨灯丝提高了3个数量级。

3 透射电镜试样制备

透射电镜试样的基本要求是对电子束透明和保持原始状态，常用的有复型、粉末和薄膜试样。主要学习内容：晶体薄膜试样的制备方法。

在 TEM 显微分析中，试样制备至关重要。试样的厚度通常要小于 200nm，保证电子束能够“透射”。除纳米级粉末、用物理或化学气相沉积等方法直接制备的薄膜外，大多数块状材料都要经过一系列减薄过程，制备成电子束能够穿透的薄膜。制备的原则是务必保持材料的原始状态，防止温度升高引起的位错回复与相变、加工变形引起的塑性变形、电解抛光引起的试样腐蚀和离子减薄引起的离子损伤等。不同材料制备 TEM 试样的方法也不同，一般地说，TEM 试样可以分为复型试样、粉末试样和薄膜试样三类。

3.1 复 型 试 样

复型试样是最早使用的 TEM 试样，主要用于表面形貌如组织、断口的形态观察，分为一级复型、二级复型和萃取复型三种。由于大块试样薄膜制备技术和扫描电镜的发展，前两种复型已经基本不用。在观察金属材料中，观察十分细小的析出相（一般为几个纳米）时，可能应用到萃取复型试样，用来分析第二相粒子形状、大小和分布，同时对第二相粒子进行物相及晶体结构分析。

萃取复型的制备见图 3-1。用于制作萃取复型的试样，其表面的浸蚀深度要根据第二相粒子的尺寸来确定。最佳浸蚀深度应略大于第二相粒子的一半，以便使第二相粒子能够容易地从基体分离，粘落在复型材料上。不同材料萃取下析出相的方法不同，表 3-1 给出了几种常见材料的萃取复型方法。

表 3-1 常见材料析出相的萃取复型方法

材 料	方 法	备 注
奥氏体合金	化学萃取：10% 溴 +90% 甲醇液	
铌钢中析出相	化学萃取：5% 溴 +95% 甲醇	
钢中 AlN 相	化学萃取：5% 溴 +95% 乙醇液	萃取样不能保存在乙醇中

续表 3-1

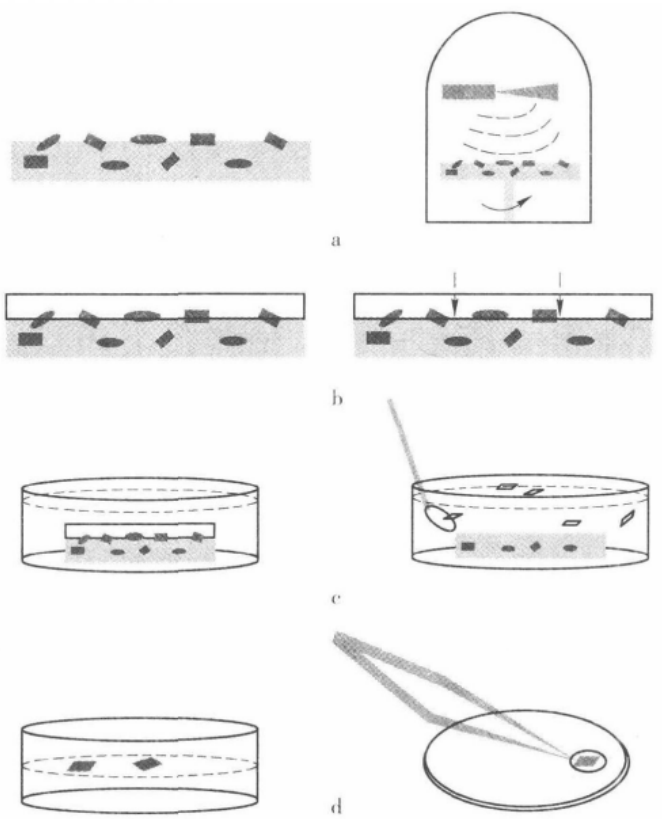
材 料	方 法	备 注
锰钢	化学萃取：1% 溴 +99% 甲醇萃取	
镍基合金中 σ 相	化学萃取：10% 盐酸 +99% 甲醇	
含 Ti，Ni 的奥氏体钢	化学萃取：（1）10% 盐酸 +90% 甲醇	萃取碳化物及金属化合物
	（2）10% 正磷酸 +90% 水	萃取 γ′相
Fe－Ni－Nb 合金	电解萃取：10% 盐酸 +90% 乙醇	50V，5～10s
不锈钢中的碳化物	电解萃取：10% 草酸 +90% 水	2V，0.1A/cm^2

说明：1. 如果萃取复型试样在水中裂碎，可提高镀膜机的真空度以增加膜的致密度，或在水中加入 1～2 滴酒精以减小水的张力。也可在脱膜前在表面先涂一层塑料背膜，待萃取膜从样品表面剥离后，再用溶剂把背膜溶去。

2. 喷镀碳膜时，厚度控制在约 20nm。可在试样边缘贴上一小片白纸做参照，目测白纸呈深黄色为好，此时的碳膜可以把第二相粒子包络起来。

3. 带碳膜样品用电解法或化学法溶蚀基体，应尽量选择对第二相基本溶蚀作用小的电解液或化学试剂，使萃取膜上第二相粒子的形状、大小和分布仍保持原来的状态。

操作方法见图 3-1。



（a）制备金相试样，较常规稍深腐蚀显露第二相，放入真空镀膜机中喷碳。

（b）试样表面形成一层均匀碳膜，取出，用刀片在碳膜上划出3mm×3mm网格。

（c）把试样放入浸蚀液中脱膜，把金属丝一端弯成小圆环利用溶液张力捞出碳膜。

（d）碳膜在酒精中清洗2～3次，放入蒸馏水中展开，用镊子夹住铜网伸入膜下缓慢托出，放在滤纸上吸水，自然干燥后送入电镜中观察。

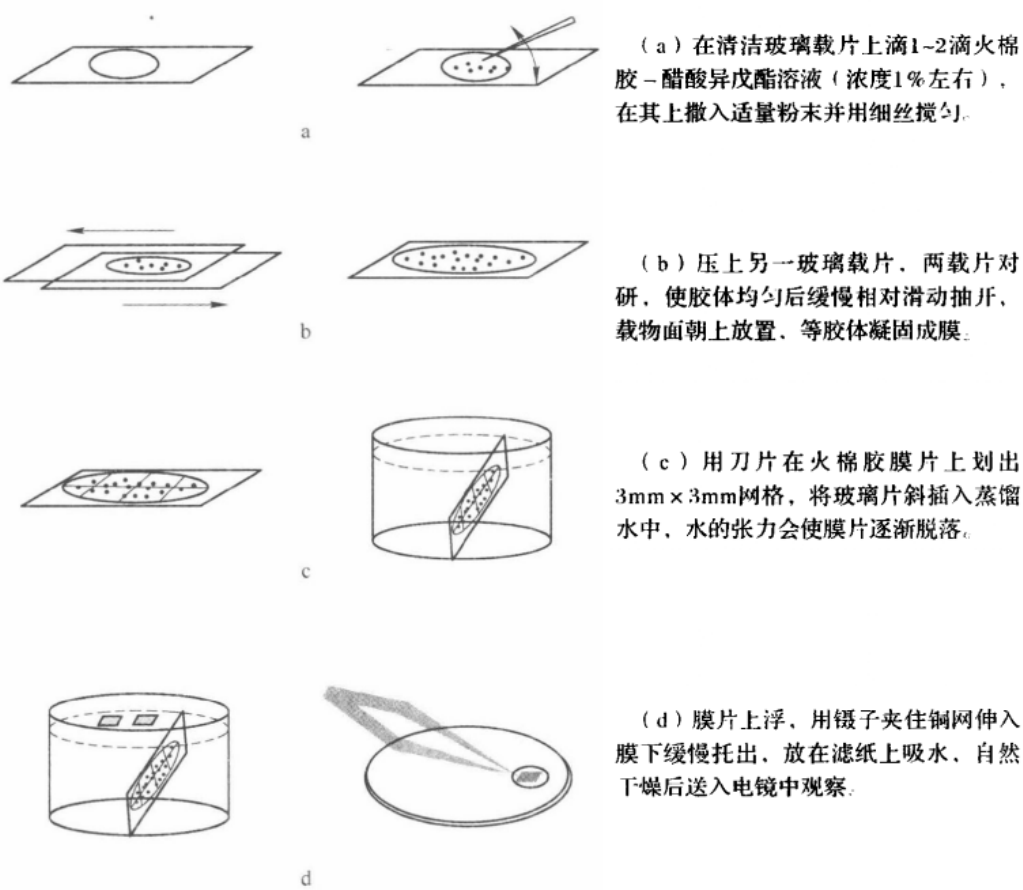
图 3-1 萃取复型试样的制备过程

3.2 粉末试样

超细及纳米粉体可以直接制备 TEM 试样，其关键是如何将粉末颗粒均匀分散开来，通常有三种制备超细粉末电镜试样的方法。

3.2.1 火棉胶混合制备

操作方法见图 3-2。



（a）在清洁玻璃载片上滴1~2滴火棉胶－醋酸异戊酯溶液（浓度1%左右），在其上撒入适量粉末并用细丝搅匀。

（b）压上另一玻璃载片，两载片对研，使胶体均匀后缓慢相对滑动抽开，载物面朝上放置，等胶体凝固成膜。

（c）用刀片在火棉胶膜片上划出3mm×3mm网格，将玻璃片斜插入蒸馏水中，水的张力会使膜片逐渐脱落。

（d）膜片上浮，用镊子夹住铜网伸入膜下缓慢托出，放在滤纸上吸水，自然干燥后送入电镜中观察。

图 3-2 火棉胶粉体试样的制备过程

说明：1. 火棉胶－醋酸异戊酯溶液浓度过高影响颗粒分散，浓度过低薄膜强度低。

2. 两载片拉开时要相对平行均匀用力，使之相对滑动缓慢错开。

3. 如果薄膜试样在水中裂碎，可在水中加入 1~2 滴酒精。

3.2.2 粉体直接制备

操作方法见图 3-3。

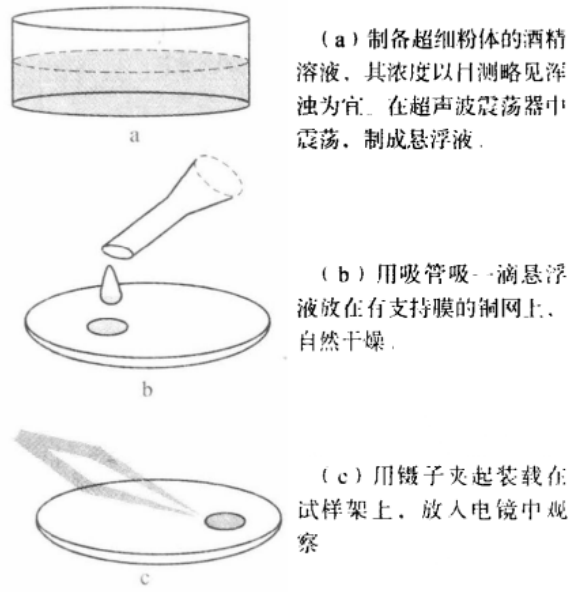


图 3-3 粉体电镜试样的直接制备

说明：1. 物体试样在电镜中观察，有时看到粉体颗粒堆积在一起不可分辨或视场中没有颗粒的现象。前者是由粉体酒精溶液浓度过高并且超声波震荡不足所致，后者则是由溶液浓度过低引起的。

2. 为防止粉末被电子束打落污染镜筒，可在粉末上再喷一薄层碳膜，把粉体夹在两层膜中间。

3.2.3 树脂包埋制备

对于尺寸较大的粉末（或直径大于 1μm 的丝状）试样，可以镶嵌在环氧树脂中制成薄片，图 3-4 为制备过程。

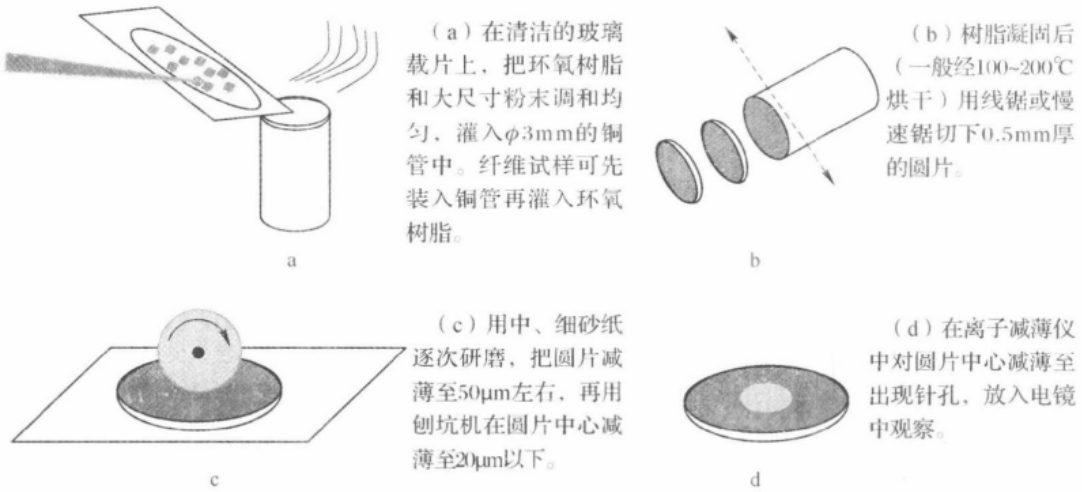


图 3-4 树脂包埋试样的制备

3.3 薄膜试样

块体材料作 TEM 分析一般制备成薄膜试样。最重要的是在制备过程中试样的组织结构和化学成分不发生变化，制备成的薄膜试样能保持块体材料的固有性质，用于观察的薄区面积要足够大。

从大块试样制备薄膜试样可按如下三个步骤进行：

（1）切割薄片：用慢速锯或电火花线切割等方法从大块试样切取 0.3～0.5 mm 左右的薄片。

（2）机械减薄：用机械研磨方法把试样减薄到 30μm 左右，冲下 ϕ3mm 大小的圆片。也可用化学抛光方法减薄，表 3-2 中的化学减薄液可供参考。

（3）最终减薄：用电解抛光装置或离子减薄仪对 ϕ3mm 薄片减薄，一般至中间出现针孔为止。针孔边缘为试样的薄区，薄区越大越有利于试样的观察和分析。

表 3-2 化学减薄液的成分

材 料	减薄溶液成分	备 注
铝和铝合金	200g/L NaOH 水溶液	70℃
铜	（1）80% HNO_3 +20% H_2O （2）50% HNO_3 +25% CH_3COOH +25% H_3PO_4	
铜合金	40% HNO_3 +10% HCl +50% H_3PO_4	
钢铁材料	（1）30% HNO_3 +15% HCl +10% HF +45% H_2O （2）35% HNO_3 +65% H_2O （3）60% H_3PO_4 +40% H_2O_2 （4）33% HNO_3 +33% CH_3COOH +34% H_2O （5）34% HNO_3 +32% H_2O_2 +17% CH_3COOH +17% H_2O	热溶液 60℃ H_2O_2 用时加入
镁和镁合金	（1）稀 HCl （2）稀 HNO_3 （3）75% HNO_3 +25 % H_2O	体积浓度为 2%～15%，溶剂为水或酒精，反应开始时激烈，继之停止，表面抛光
钛和钛合金	（1）10% HF +60% H_2O_2 +30% H_2O （2）20% HF +20% HNO_3 +60% $CH_3CHOHCO_2H$	

3.3.1 双喷射电解抛光

电解抛光适用于导电材料的试样制备，所用时间短，试样不会产生机械损伤。但是电解液可能引起试样的表面腐蚀。双喷电解抛光装置由电解液容器、试样架、喷嘴、泵和计测仪表组成，如图 3-5 所示。电解抛光时会引起电解液温度升高，通常电解液容器放在一个水冷槽中。试样固定在一侧有铂丝环的塑料圆片卡具里，接阳极，喷嘴接阴

极。两个喷嘴对准圆片中心，电解液通过泵加压循环流动，从喷嘴直射试样的两个侧面，试样表面发生电解抛光，逐渐减薄。一旦试样穿孔，光敏元件输出电讯号自动切断电源，抛光停止，可以防止薄区被破坏。

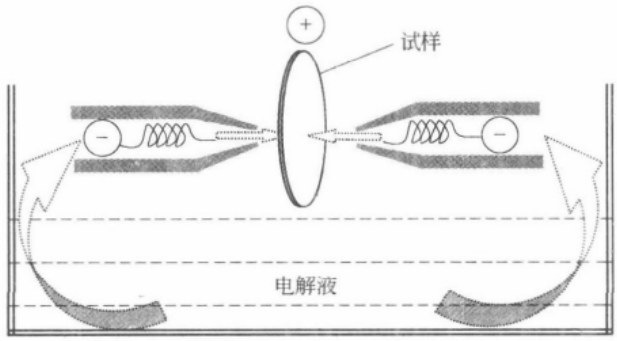


图 3-5 双喷射电解抛光装置

抛光停止后，应迅速取出试样，立即放在酒精中清洗，至少在3～4 个蒸发皿中逐次清洗。成功的抛光试样是：光亮、抛光孔在中心，孔的大小一般为 0.5mm 左右，在电镜中观察无腐蚀，可观察薄区足够大。抛光孔尺寸较大或偏向边缘时试样的薄区小；试样发暗或发黄黑，表明试样已经腐蚀不可用。

电解抛光所要控制的参量有外加电压、电解液类型、电解液温度、电解液喷射速度、抛光电流等。不同的材料需选择不同的电解液，表 3-3 中所示的常用电解抛光液成分可供参考。电压值选择的前提是试样的阳极溶解电流使试样表面抛光，而不是使试样腐蚀或产生电流坑。图 3-6 是电解抛光曲线。

表 3-3 电解抛光液的成分

材 料	电解抛光液成分	备 注
钢铁	(1) 3%～7% $HClO_4$ – CH_3COOH	室温
	(2) 10% $HClO_4$ – C_2H_5OH	–40℃
	(3) 6% $HClO_4$ + 14% H_2O + 80% C_2H_5OH	
	(4) 2%～10% $HClO_4$ + C_2H_5OH 其余	
铝及铝合金	(1) 1%～20% $HClO_4$ + 其余 C_2H_5OH	10～–30℃
	(2) 8% $HClO_4$ + 11% (C_4H_9O) CH_2CH_2OH + 79% C_2H_5OH + 2% H_2O	15℃
	(3) 40% CH_3COOH + 30% H_3PO_4 + 20% HNO_3 + 10% H_2O	–10℃
铜和铜合金	(1) 33% HNO_3 + 67% CH_3OH	10℃
	(2) 25% H_3PO_4 + 25% C_2H_5OH + 50% H_2O	
钛和钛合金	6% $HClO_4$ + 35% (C_4H_9O) CH_2CH_2OH + 59% C_2H_5OH	

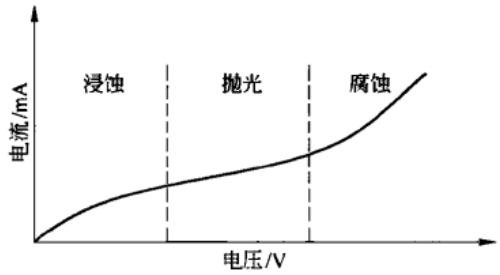


图 3-6 电解抛光曲线

阳极和阴极之间的电流随外加电压增加而增大。在较低电压时，试样发生浸蚀没有抛光；在较高电压下，试样击穿产生电流坑。最佳的电压－电流条件是在中间的抛光区。其具体数值取决于电解液的类型、温度，不同材料抛光条件不同。

3.3.2 离子减薄

离子减薄应用高能离子束轰击薄片试样，把试样的原子或分子逐层溅射出试样表面，最终使试样减薄到电子束可以通过的厚度。主要用于陶瓷、玻璃等不导电材料的最终减薄，也可以用于电解抛光中易于腐蚀的金属材料。与电解抛光相比，离子减薄时间长，一般需要 1 个至数个小时，试样减薄后空洞多，薄区可以很大但不集中。离子减薄仪由试样室、真空系统、电器系统和离子枪等部件组成。图 3-7 示意地给出了离子减薄装置的工作原理。试样室到达真空后通入氩气，氩气在离子枪中被离子化产生等离子体，在加速电压作用下等离子体通过阴极孔形成离子束，以一定的入射角轰击试样表面。试样慢速旋转以使试样均匀减薄。这一过程在真空下进行，在氩气未进入之前，仪器的真空度保持在小于 1.33×10^{-3}Pa，通入氩气后，真空度为 1.33×10^{-1}Pa 左右。

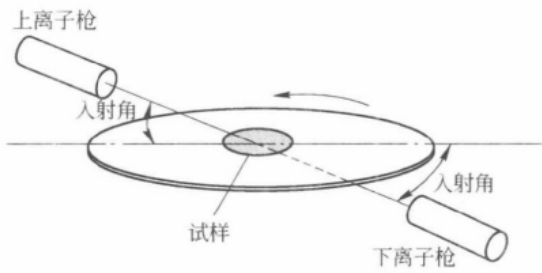


图 3-7 离子减薄装置工作原理

在离子减薄过程，电压、试样的温度和旋转速度、离子的类型（如 Ar，He 或反应性离子）和离子束入射角等需要设定和调整。通常情况下加速电压采用 4～6kV。入射离子束与试样表面的夹角（入射角）是一个重要的控制参量，离子入射角越小，试样薄区面积越大，但相应减薄时间增加。通常选择 15°左右的入射角减薄至预定时间的一半后，降低入射角至 7°左右减薄 1/3 时间，最终以 4°入射角减薄至试样出现针孔。

这样可以节省时间，避免选择减薄。入射角小于5°，有利于得到较大的薄区，也能减少和避免试样的离子损伤。

离子减薄还可以用于直径为微米级的纤维和粉末材料的减薄（见3.2.3节）。另外，如果金属试样电解抛光后发生腐蚀，进行离子减薄2~10min会有明显效果。

用物理气相沉积和化学气相沉淀等方法制备薄膜，一般厚度在几十纳米，可以直接取下 ϕ3mm 圆片放入电镜中观察。

思 考 题

3-1 简述萃取复型的基本步骤。

3-2 简述块体金属制备薄膜试样的基本步骤。

3-3 用电解抛光制备试样，影响因素有哪些？

3-4 用透射电镜观察纳米线如何制备试样？

扩充学习——其他制样方法

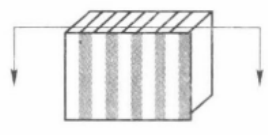
1. 镀膜界面的 TEM 试样制备

在基体上镀（渗）异种材料，其厚度一般都在纳米级以下，观察研究镀膜与基体的界面是透射电镜的重要课题。镀膜界面的 TEM 试样可参照下列步骤制备。

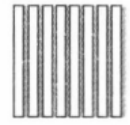
（1）镀膜的基体尽量薄一点（可磨后镀膜）。取多片堆垛起来，用树脂类胶逐层粘好，粘接后的试样厚度应大于3mm。



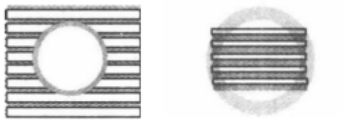
（2）树脂胶凝固（烘干）后，沿箭头方向切下0.5mm薄片。



（3）薄片用水砂纸减薄至30μm左右。



（4）取下 ϕ3mm 的圆片，或取条形片粘在 Mo 环上。



(5) 刨坑后，离子减薄。

说明：镀层和基体的厚度尽量小一些，可使试样中有较多的界面。

2. 聚焦离子束制备 TEM 试样

聚焦离子束（FIB）是制备电镜试样的新仪器，是集离子束切割、显微观察和操控于一体的电子光学仪器。离子枪发射细聚焦离子束切割试样，操控装置进行选择区域和取出试样。FIB 可以在高倍下精确选择和操控，实现了微观区域的定点制样，质量优异。图 1、图 2 是相关设备和制样过程示意图。

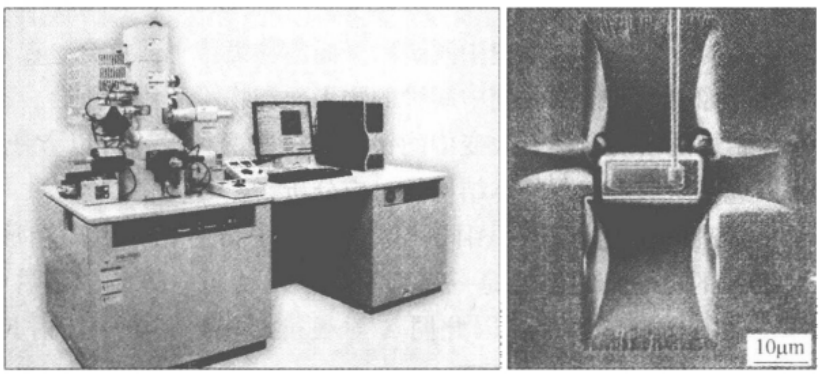


图 1　FIB 设备和制备的微区试样

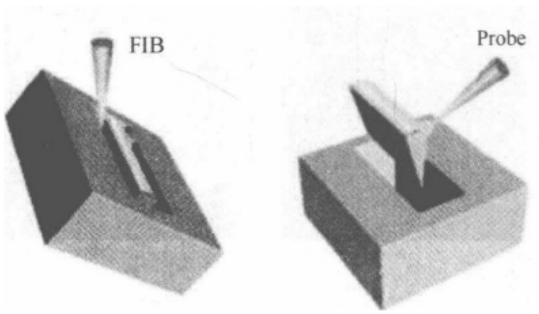


图 2　试样切割和取出示意图

4 电子衍射

透射电镜中晶体处于衍射位置时，反射球和倒易杆相交，符合布拉格公式发生衍射；单晶体的衍射花样是晶体倒易平面的放大像；标定电子衍射花样，是电镜观察与晶体学分析的基础。主要学习内容：倒易点阵、倒易杆、电子衍射公式、单晶体电子衍射花样的形成及特征、D 值尝试法标定电子衍射花样。

透射电镜成像时，成像模式是使中间镜物平面与物镜像平面重合，在荧光板上得到反映样品形貌的图像；衍射模式是使中间镜的物平面与物镜后焦面重合，在荧光板上得到反映样品晶体结构的衍射花样。改变中间镜电流，这两种模式可以方便地进行转换，使透射电镜可以进行组织形貌与晶体结构的对应分析。

电子衍射的原理和 X 射线衍射相同，单晶体电子衍射花样由周期性排列的许多斑点组成，多晶体的电子衍射花样是一系列不同半径的同心圆环，见图 4-1。与 X 射线相比，电子波有其本身的特性，因此同 X 射线衍射相比，电子衍射具有下列不同之处。

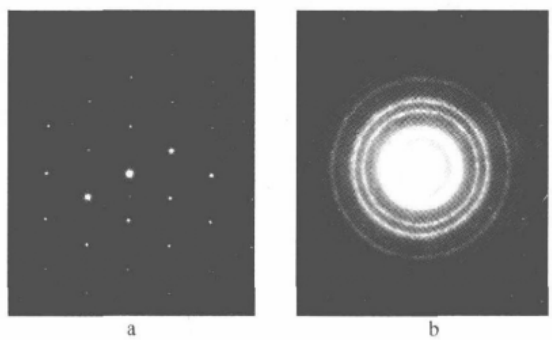


图 4-1 电子衍射花样

a—单晶体花样，试样 Au；b—多晶体花样，试样 Au

首先，电子波的波长比 X 射线短得多，在同样满足布拉格条件时，它的衍射角 θ 很小，约为 1° ~ 2°，而 X 射线产生衍射时，其衍射角可以超过 60°。

其次，原子对电子的散射能力远高于它对 X 射线的散射能力（高出约 4 个数量级），故电子衍射束的强度较大，摄取衍射花样时曝光时间仅需几十秒。

最后，也是最重要的一点，电子衍射操作时采用薄晶体样品，薄的单晶体的倒易阵点会沿着样品厚度方向延伸成杆状，而电子波的波长短，其反射球的半径很大，在衍射角 θ 较小的范围内反射球的球面可以近似地看成是一个平面，增大了倒易阵点和反射球相交截的几率，得到的一系列衍射斑点与晶体的二维倒易平面相对应。

4.1 电子衍射原理

4.1.1 倒易点阵

单晶体的电子衍射得到由一系列周期排列斑点构成的衍射花样，可以看成是晶体试样倒易点阵的放大像，即衍射斑点与晶体点阵结构有确定的对应关系。电子衍射理论通常用倒易点阵和倒易杆的概念解释薄晶体电子衍射花样的形成，这给晶体分析带来极大方便。

倒易点阵的定义 对于以 $\boldsymbol{a}_i$ 为基本矢量的晶体点阵，如果有以 $\boldsymbol{a}_j^*$ 为基本矢量的点阵，使

$$\boldsymbol{a}_i \cdot \boldsymbol{a}_j^* = \begin{cases} 1 & \text{当 } i=j \\ 0 & \text{当 } i\neq j \end{cases} \quad (i,\ j=1,\ 2,\ 3) \tag{4-1}$$

成立，则以 $\boldsymbol{a}_j^*$ 为基本矢量的点阵是原晶体点阵的倒易点阵。

由式 4-1 可以证明：

（1）倒易矢量 $\boldsymbol{g}_{hkl}$ 垂直于正点阵中相应的（hkl）晶面，或平行于它的法向；

（2）倒易矢量的长度等于正点阵中相应晶面间距的倒数。

按照这种性质，倒易点阵中的一个阵点同正点阵中一组平行等距的晶面唯一对应。可以做出与晶体全部晶面组所对应的阵点构成另一种点阵，即倒易点阵。比较图 4-2 的两个单胞，可以看出，与晶体点阵一样，倒易点阵具有点阵的一切特征：其点、线、面和体等元素分别称为倒易阵点、倒易矢量、倒易平面和倒易单胞。倒易点阵存在的空间称为倒易空间，其三维坐标以 1/长度为量纲。

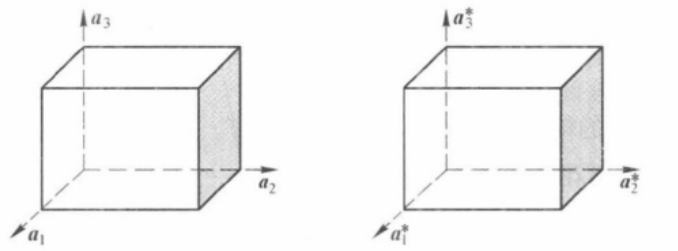


图 4-2 正点阵单胞和倒易单胞

4.1.2 电子衍射的爱瓦尔德球图解

电子束入射晶体符合布拉格条件（$2d\sin\theta=\lambda$）时发生衍射，可以用爱瓦尔德作图

法求解。即在倒空间以 $1/\lambda$ 为半径作球（称为爱瓦尔德球或反射球）与倒易点阵相交，使入射束过倒易原点，如果某一倒易点与反射球面相交，则有：

$$\boldsymbol{k}' - \boldsymbol{k} = \boldsymbol{g} \tag{4-2}$$

这里 $\boldsymbol{k}$、$\boldsymbol{k}'$分别为入射波、衍射波矢量；$\boldsymbol{g}$ 为倒易矢量。由于：

$$|\boldsymbol{k}'| = |\boldsymbol{k}| = \frac{1}{\lambda}$$

$$|\boldsymbol{g}| = \frac{1}{d}$$

得出：

$$2d\sin\theta = \lambda \tag{4-3}$$

即倒易点与反射球面相交，满足布拉格条件，发生电子衍射。

4.1.3 倒易点的结构振幅加权

在物镜成像过程中，透射波（入射波经过晶体调制，可用透射函数表征）通过物镜后，平行束在后焦面处交于一点，其实质是对透射函数作傅氏变换，得到的傅氏频谱是衍射强度在后焦面处的分布，与倒易平面相对应。面上的每个强度点（平行束交叉点）与倒易点对应，既有确定的几何位置，又具有衍射强度属性（子波源）。而按照倒易点阵的定义，倒易点只是一个几何点，只有位置，没有形状和大小。为使定义给出的倒易点同后焦面处的倒易点一致起来，对于定义给出的倒易点阵，把结构振幅加权给相应的各个倒易点。

在晶体衍射中，单胞的结构振幅为 F：

$$F = \sum_{i=1}^{j} f_j \exp\{hu + kv + lw\} \tag{4-4}$$

式中，f_j 为单胞内原子的散射振幅；u、v、w 为原子的坐标；h、k、l 在正空间为晶面族指数，在倒空间为倒易点指数，$|F|^2$ 等于衍射强度，因此 F 反映了特定结构和原子类型的晶体（有不同的 f_j 和 u、v、w）中，某一晶面组（hkl）的衍射强度。该衍射强度源自（hkl）晶面，必定与倒易点 hkl 相关。把 F 加权给倒易点，并且把 $F = 0$ 的阵点去掉，这样得出的倒易平面同后焦面上傅氏频谱（强度分布）已经完全一致。由此可以引出以下 3 个结论：

（1）在后焦面处的傅氏频谱与倒易平面相对应，频谱经中间镜和投影镜放大，最终在荧光板上得到的衍射花样，是倒易平面的放大像。

（2）倒易点经结构振幅加权后，$F = 0$ 的倒易点不复存在，与正空间的结构消光相对应。从衍射原理知道，晶胞内原子散射波的合成振幅为零时发生结构消光。此时即使满足布拉格条件（或者倒易阵点正好落在反射球面上）也没有衍射束产生。例如：在满足布拉格条件下，体心立方晶体的 {100}、{111}、{210} …，面心立方的 {100}、{110}、{211} …晶面族都不发生衍射。简言之，$F = 0$ 的倒易点在反射球上时，仅仅满足了衍射几何条件，还不能产生衍射束。因此可以认为结构振幅为 0 的倒易点不存

在，即 FCC 结构晶体的衍射花样中没有 {100}、{110}、{211} …倒易点，BCC 结构晶体没有 {100}、{111}、{210} …倒易点。

（3）倒易点上强度分布区域的形状与衍射晶体的尺寸相关。结构振幅加权后，倒易点阵中各个阵点由原来彼此等同的几何点，具有了不再等同的“权重值”——衍射强度，各倒易点上有了不同的强度分布，这种强度分布有确定的区域，即加权后，倒易点由几何点成为“强度块”。

衍衬运动学的计算表明（见 5.3.2 节），衍射强度 I 的分布与晶体的尺寸相关，其主极大分布区域为：

$$|s| \approx 2/t \tag{4-5}$$

式中，t 为晶体的尺寸；s 为偏离矢量。电镜中晶体试样为薄片，一般在 x、y 方向的长度为 μm 级，在 z 方向的长度为 nm 级，按照这一规则做出强度分布区的形状，见图 4-3。可以看出倒易点处的强度分布以倒易点为中心，沿试样的 z 方向扩展成杆状，称为倒易杆。倒易杆的长度为 $2/t_z$，其长度方向与试样的 z 方向平行，亦即与入射束平行。倒易杆上的强度成正态分布，在中心强度最大，离倒易点越远其强度越低，在倒易杆的端点（$2/t$ 处）强度为零。

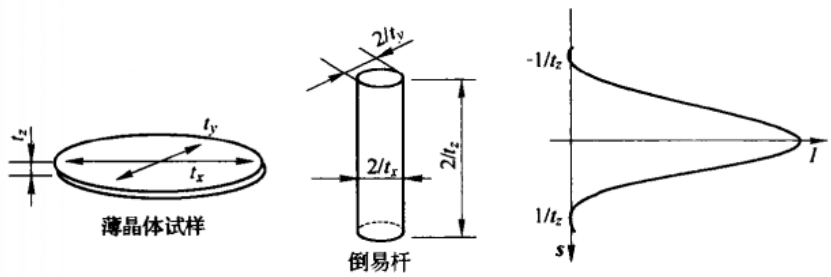


图 4-3 倒易杆及其强度分布

反射球面是一个几何面，当倒易点是一个几何点时，严格讲来，一个倒易面上只能有一个倒易点与反射球面相交，即电子衍射中只能有一组晶面发生衍射，形成一个衍射斑点（图 4-4）。但是经结构振幅加权后，倒易点成为倒易杆，反射球与倒易杆相交几率明显增大，可以有一系列衍射束，得到一系列衍射斑点。

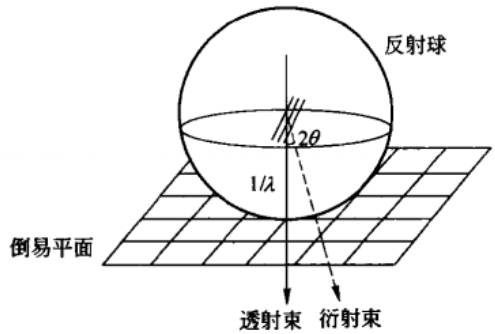


图 4-4 倒易点为几何点时，反射球只能同一个倒易点相交

4.1.4 偏离矢量

作反射球与倒易杆相交，相交的位置可有三种情况：反射球交截在倒易杆的中心和中心的上、下两侧，定义反射球和倒易杆相交处至倒易点的距离为偏离矢量 s，这三种情况分别为：$s=0$、$s>0$ 和 $s<0$，分别与正空间发生布拉格衍射时的 $\Delta\theta=0$、$\Delta\theta>0$ 和 $\Delta\theta<0$ 相对应，见图 4-5。此时，$k'-k=g+s$ 成立，符合布拉格条件发生衍射，倒易

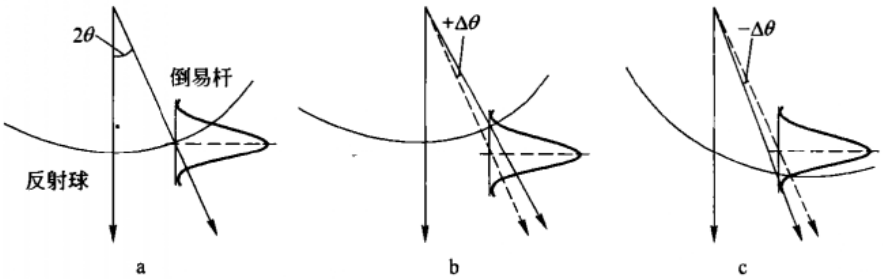


图 4-5 不同偏离矢量的衍射束

a—$s=0$，$\Delta\theta=0$；b—$s>0$，$\Delta\theta>0$；c—$s<0$，$\Delta\theta<0$

杆上的强度不同，不同 s 值下得到的衍射强度也不同，由于电子衍射的布拉格角很小，不同 s 值条件下，衍射方向的变化并不明显。

4.2 电子衍射花样

4.2.1 单晶体电子衍射花样的形成与特征

单晶体电子衍射花样是由反射球与一个倒易平面上的倒易杆相交形成的，见图 4-6。已经知道，由于晶体为薄片，倒易点成为倒易杆，而电子波长短，反射球面近似为平面，一个近似平面和一层倒易杆相交，都符合布拉格条件因而得到一系列衍射束，在荧光板上形成一系列衍射斑点，称为单晶体电子衍射花样。单晶体电子衍射花样一般由一个透射斑点和十几个甚至几十个衍射斑点构成，具有明显的周期性。透射斑点与倒易原点相对应，衍射斑点分别与各倒易点相对应，衍射花样是满足衍射条件的倒易平面的放大像。花样中的斑点可以直接看做是相应衍射晶面的倒易阵点。

4.2.2 多晶体电子衍射花样的形成与特征

多晶体中各晶粒的位向充分紊乱，同一面间距的晶面位向分布有各个方向，即同一长度的倒易矢量由倒易原点出发指向各个方向；而多晶体的晶粒充分多，各个方向的倒易矢量充分多，使其倒易点（倒易矢量的端点）连续排列成为一个球壳。考虑晶体中的各个晶面组，其面间距不同，从同一个倒易原点出发的各倒易矢量长度不同，形成的倒易球壳半径不同，整个倒易点阵成为以倒易原点为球心的一系列倒

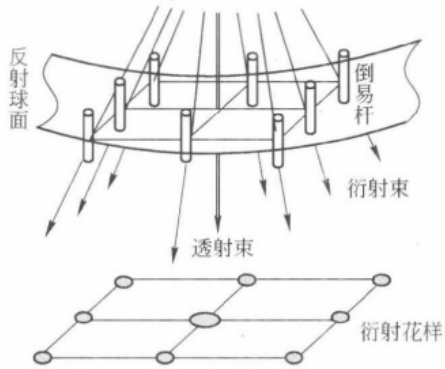


图 4-6 单晶体电子衍射花样的产生

易球壳。反射球与倒易球壳相交，相交处的倒易点符合布拉格条件产生衍射束，一个球壳上符合条件的衍射束形成一个衍射锥，在荧光板上得到圆环，各个球壳给出的圆环以透射斑为圆心形成一系列同心环，透射束在圆心处形成较大的透射斑，见图 4-7，这就是多晶体的电子衍射花样，各衍射环的半径与倒易矢量相对应。

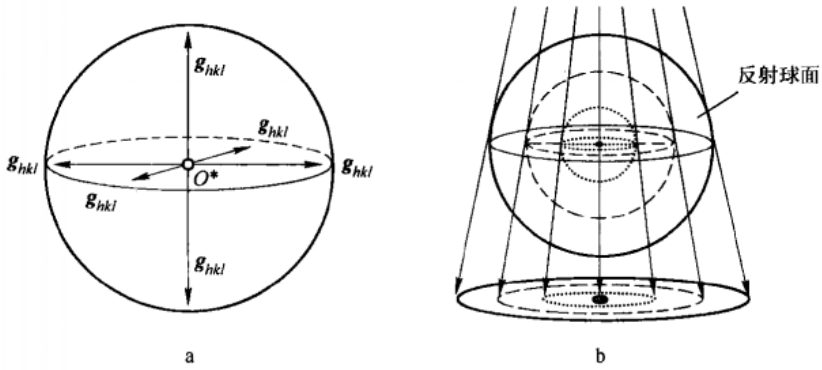


图 4-7 多晶体电子衍射花样的产生

a—多个相同的倒易矢量方向随机分布，倒易点形成倒易球壳；

b—反射球同各倒易球壳相交形成一系列同心环

4.3 电镜中的电子衍射

4.3.1 电子衍射公式

在电镜中试样成像，首先在物镜后焦面形成的傅氏频谱（见 2.2.1 节），就是与衍射晶带对应的衍射花样（见 4.2.1 节）。这时，晶体的某一组晶面（hkl）与入射电子束满足布拉格条件，在相应的方向上产生衍射束。g_{hkl}是衍射晶面倒易矢量，它的端点位于反射球面上。使样品与反射球的球心重合，后焦面的衍射花样就在反射球面处。由于后焦面的花样被中间镜和投影镜进一步放大，衍射花样在电镜的荧光板上成像，这一状

态可以用图 4-8 来描述。可以看出，由于三角形相似，有：

$$\frac{f_0}{L}=\frac{g}{R}$$

$$L\lambda = Rd \tag{4-6}$$

式中，L 为相机高度；λ 为电子波长；$L\lambda$ 称为相机常数；R 是花样上中心斑点至衍射斑点的距离，对于多晶体衍射花样而言，就是衍射环的半径。如果说衍射斑点的 $\boldsymbol{R}$ 矢量是产生这一斑点的晶面组倒易矢量 $\boldsymbol{g}$ 的比例放大，相机常数则可以看做比例系数（放大倍数）。

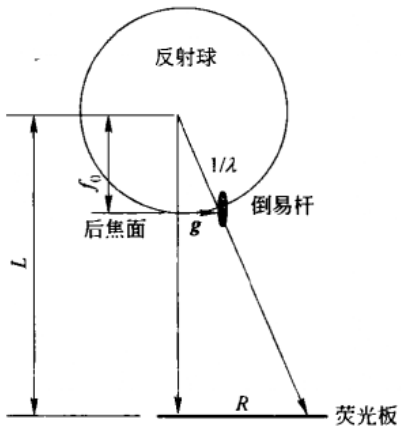


图 4-8 电镜中的电子衍射

式 4-6 称为电子衍射公式。实验中，$L\lambda$ 已知，R 可以从记录花样的底片上直接测量，因此可以由这一公式方便地求出发生衍射晶面的面间距 d。

同时注意到，由于：

$$L = f_0 M_I M_P$$

式中，f_0 为物镜距；M_I、M_P 分别为中间镜和投影镜的放大倍数。

所以：

$$L\lambda = f_0 M_I M_P \lambda \tag{4-7}$$

可以看出，除电子波长外，相机常数还取决于物镜、中间镜和投影镜的激磁电流。当前的电子显微镜，相机常数及放大倍数都随透镜激磁电流的变化而自动显示，并直接曝光在底片边缘。另外，相机常数的精度会受到电流、电压波动的影响，精确测定面间距时，需要对相机常数进行校正。

4.3.2 磁转角

电子在镜筒中是按螺旋线轨迹前进的，衍射斑点到物镜的一次像即物镜的后焦面到像平面之间有一段距离，电子通过这段距离时会转过一定的角度，这就是磁转角。设图

像相对于样品的磁转角为 Φ_i，而衍射斑点相对于样品的磁转角为 Φ_j，则衍射斑点相对于图像的磁转角：

$$\Delta\Phi = \Phi_i - \Phi_j \tag{4-8}$$

一般透射电子显微镜配备有磁转角自动补偿透镜，在各个放大倍数下磁转角自动校正为零，进行形貌观察和衍射花样对照分析时可不必考虑磁转角的影响。没有这种校正的电镜可以摄照 MoO_3 晶体的形貌和花样底片，通过比较消除磁转角。

4.3.3 选区电子衍射

图 4-9 为选区电子衍射的原理图。入射电子束通过样品后，一组平行散射束在物镜的后焦面上形成一个斑点，各斑点发射子波在像平面上成像。如果在物镜的像平面处加入一个光阑，则光阑孔外的电子被光阑挡住、接地吸收，只有光阑孔范围内的电子能够通过光阑在像平面成像，成像电子仅来自于与光阑孔内图像对应的试样上的区域，这些电子在后焦面处形成斑点，试样其他区域对衍射斑点的贡献均在光阑孔之外（见图 4-9 中虚线）。此时进入衍射模式观察后焦面，在荧光屏上得到的衍射花样来自于样品上的成像区域，从而实现物像和结构的对应分析，这就是选区电子衍射。

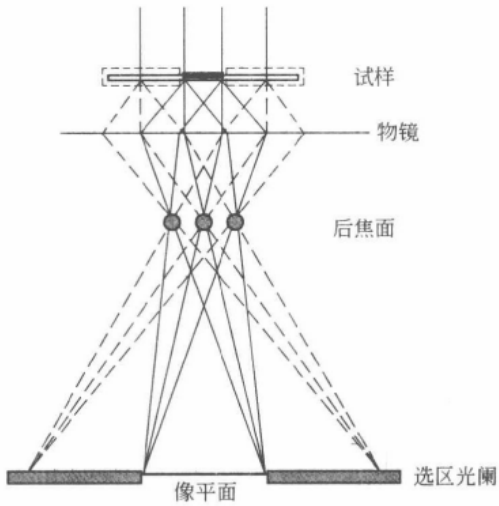


图 4-9 选区电子衍射

选区光阑孔径可调，一般在 20 ~ 400μm 之间，其位置可在像平面任意移动。若物镜放大倍数为 50 倍，则选用直径为 50μm 的选区光阑就可以选取样品上直径为 1μm 的区域。选区衍射所选的区域很小，因此能选择细小析出相进行分析，为研究细小单晶体结构提供了有利的条件。进行选区衍射时，物镜的像平面、中间镜的物平面和选区光阑的水平位置要尽可能调整到一个水平面上，操作中图像和光阑孔边缘都应准确聚焦。如果物镜的像平面和中间镜的物平面重合于选区光阑的上方或下方，尽管荧光屏上仍能得到清晰的图像，但所选的区域已经发生偏差而使衍射斑点不能和图像完全对应，形成所谓选区衍射误差。

4.4 单晶体电子衍射花样标定

单晶体电子衍射花样标定，是指确定衍射谱中各衍射斑点的指数，亦即确定发生衍射的晶面指数和晶带轴指数。电子衍射花样是倒易平面的放大像，给出了晶体的物相、晶面间距、晶格常数、晶向、晶面等诸多晶体学信息，对花样进行正确的标定是电子显微分析的基础。花样的标定方法有多种，这里主要讨论 D 值尝试法。

4.4.1 D 值尝试法标定单晶体电子衍射花样

D 值是指晶体的晶面间距。一般情况下，在标定电子衍射花样时有两个基本情况是已知的：一是已知所研究材料的可能相（成分、处理工艺已知）；二是相机常数等实验参数已知。D 值尝试法从这个基本情况开始进行标定，其基本步骤是：

（1）确定特征四边形；

（2）测量四边形边长 R_1、R_2 和对角线 R_3 的长度及其夹角 φ_1、φ_2；

（3）计算 d_1、d_2、d_3 值，同 PDF 卡片（Powder Diffraction File）给出的 d 值相对照，确定物相；

（4）尝试确定各点指数；

（5）对标定指数进行检验；

（6）求出晶带轴指数。

这里通过实例说明这一方法。在第一个实例中对相关问题进行说明，其后的实例则只给出标定过程。

例 4-1 图 4-10 是低碳钢中铁素体基体的电子衍射花样，相机常数 $L\lambda = 2.150\text{mm} \cdot \text{nm}$，标定这个花样。

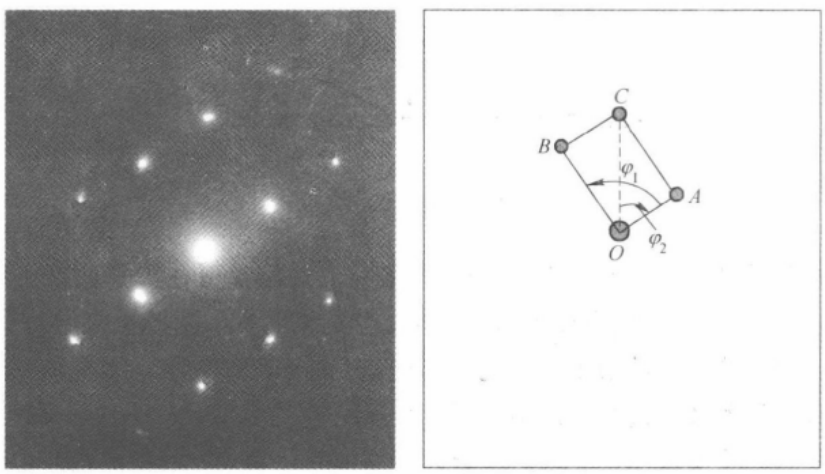


图 4-10 铁素体单晶的电子衍射花样及其特征四边形

（1）确定特征四边形。以透射斑点 O 为起点，分别连结距其最近邻的斑点 A 和次

近邻的斑点 B，得到两条边 $OA = R_1$ 和 $OB = R_2$，以这两条边为基础作平行四边形，四边形的第四个节点应恰好落在第三个斑点 C 上，对角线 $OC = R_3$；称四边形 $OABC$ 为特征四边形。

说明：1. 特征四边形是单晶体电子衍射花样的基本单元，七个晶系晶体电子衍射花样的基本单元都是平行四边形，这是它的共有特征。各物相花样的区别在于四边形 R_2/R_1 的值、$\boldsymbol{R}_1$ 与 $\boldsymbol{R}_2$ 的夹角不同。花样标定的各种方法都是从这个特征平行四边形出发的。不同物相可能有相同的特征四边形，但其 R 值对应的面间距不同。

2. 一个花样中特征四边形可以有多种选择，在确定四边形时要求使 R 值最短，并且 $R_1 \leqslant R_2 < R_3$，$\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_2$ 的夹角不大于 90°。

（2）测量 $\boldsymbol{R}_1$、$\boldsymbol{R}_2$、$\boldsymbol{R}_3$ 的长度及其夹角。用直尺和量角器测量，得：

$$R_1 = 10.75\text{mm} \quad R_2 = 15.00\text{mm} \quad R_3 = 18.50\text{mm}$$

$$\varphi_1 = \boldsymbol{R}_1 \wedge \boldsymbol{R}_2 = 90° \quad \varphi_2 = \boldsymbol{R}_1 \wedge \boldsymbol{R}_3 = 55.8°$$

说明：测量 R 值时，应测量中心斑点两侧对称斑点的距离再除以 2；斑点距中心距离较近的花样（晶体的晶格常数较大），也可以测量 4 倍的距离再除以 4，但不应测量到花样的边缘（有球差影响）。R 值的有效数字一般保留到小数点后两位。

（3）计算 d 值。按照 $L\lambda = Rd = 2.150\text{mm} \cdot \text{nm}$，计算出 d_i 值，列表同 PDF 卡片中的 d 值比较，见表 4-1（有效数字同卡片 d 值）；由此确定 A、B、C 各点对应的族指数分别为 {011}、{200}、{211}。

表 4-1 晶面间距值比较与晶面指数

项　目	d_1	d_2	d_3
测量计算 d 值/nm	0.2000	0.1433	0.1181
PDF 卡片 d 值/nm	0.2027	0.1433	0.1170
对应晶面族指数	011	002	112

说明：1. 铁素体为体心立方结构，在 PDF 卡片中很容易查找到铁素体为 α－Fe；由于单晶体衍射花样的斑点不是顺次出现的，应在卡片的标准 d 值中查找与测量值最接近的数值，其对应的晶面指数就是斑点的“族指数”。

2. 测量值和标准值一般会存在误差，比对时两者的相对误差应小于 5%。对其他各相，凡是 PDF 卡片中有的，都可以用这种查找－对照方法确定。

3. 当衍射花样来自析出相，而晶体中有多种析出相时，要逐一查找各相卡片，按照最小误差原则逐一比对，一般情况下都能准确定出物相；如果一张花样符合两种晶体（花样的偶合不唯一性），应该取该相另外的花样进行标定。

（4）尝试确定各点指数：

1）在族指数中确定具体指数有多种选择。A 点的指数可以在 {011} 中任意确定，在本题中确定为 011；

2）依据晶面夹角公式尝试确定 B 点的具体指数。

立方系的晶面夹角公式为：

$$\cos\varphi = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \tag{4-9}$$

由于倒易矢量垂直于对应晶面，式 4-9 也是 $\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_2$ 的夹角公式，就是

$$\cos(\boldsymbol{R}_1 \wedge \boldsymbol{R}_2) = \cos\varphi = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

已经知道 R_1 和 R_2 端点的族指数分别为 {011} 和 {200}，带入 $h_1k_1l_1 = 011$，在 {200} 族指数中，尝试选取 B 点指数 $h_2k_2l_2$ 为 020，有

$$\cos\varphi_1 = \frac{0\times0 + 1\times2 + 1\times0}{\sqrt{0^2 + 1^2 + 1^2} \cdot \sqrt{0^2 + 2^2 + 0^2}} = \frac{\sqrt{2}}{2}$$

按此计算 φ_1 角为 45°，远偏离测量值，判定 B 点指数不是 020。

再尝试 B 点为 200：

$$\cos\varphi_1 = \frac{0\times2 + 1\times0 + 1\times0}{\sqrt{0^2 + 1^2 + 1^2} \cdot \sqrt{0^2 + 2^2 + 0^2}} = 0$$

与测量值符合，确定 B 点的指数为 200。

3）C 点指数：由于 $\boldsymbol{R}_1 + \boldsymbol{R}_2 = \boldsymbol{R}_3$，所以 [011] + [200] = [211]，即 C 点指数为 211。

说明：1. 如果 A 点的指数确定为其他值，后面的结果随之不同，但各种结果是等价的，相当于从不同的坐标观察晶体，不会改变晶体的物相和晶体学参数。

2. 如果（$\boldsymbol{R}_1 \wedge \boldsymbol{R}_2$）夹角不是特殊角，其测量值和指数计算值误差应小于 2°，最大不超过 5°。

（5）对标定指数进行检验。C 点的指数是由 A 点和 B 点指数得来的，如果标定正确，C 点的指数同 A（或 B 点）的指数也应该符合晶面夹角公式。把 C 点和 A 点指数带入晶面夹角公式：

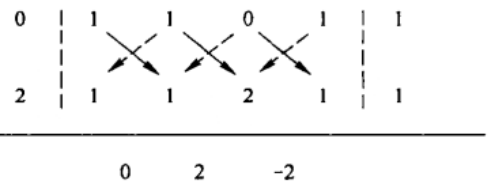
$$\cos\varphi_2 = \frac{0\times2 + 1\times1 + 1\times1}{\sqrt{0^2 + 1^2 + 1^2} \cdot \sqrt{2^2 + 1^2 + 1^2}} = \frac{\sqrt{3}}{3} \quad \varphi_2 = 54.74°$$

夹角测量值：$\varphi_2 = (\boldsymbol{R}_1 \wedge \boldsymbol{R}_3) = 55.8°$。

指数计算值和测量值误差为 1.06°，标定正确。如果这里的检验误差过大，表明标定错误，应该从确定四边形开始，重新标定花样。

其他的点指数可以根据矢量相加法则和斑点的对称性得出。

（6）计算晶带轴指数。通过 A 和 C（或 B）点的指数求出晶带轴指数；按下列顺序写出 A、C 指数：



上式中竖虚线内的指数交叉相乘后相减，分别得出 0、2、－2，化简为互质数：$[0\bar{1}\bar{1}]$，即：

$$[uvw]=[0\bar{1}\bar{1}]$$

说明：1. 对于零层倒易平面而言，各衍射斑点所对应的晶面在正空间属于同一个晶带，所以花样的法线就是晶带轴 $\boldsymbol{r}=[uvw]$，有 $\boldsymbol{r}=\boldsymbol{g}_1\times\boldsymbol{g}_2$，$\boldsymbol{g}_1$ 和 $\boldsymbol{g}_2$ 为倒易矢量，与花样中的 $\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_2$ 相对应。按照晶带定理，有：

$$\begin{cases}h_1u+k_1v+l_1w=0\\h_2u+k_2v+l_2w=0\end{cases}$$

斑点指数已知，解方程组求 $[uvw]$：

$$u=k_1l_2-k_2l_1$$
$$v=h_2l_1-h_1l_2$$
$$w=h_1k_2-h_2k_1$$

依此可以简化运算：

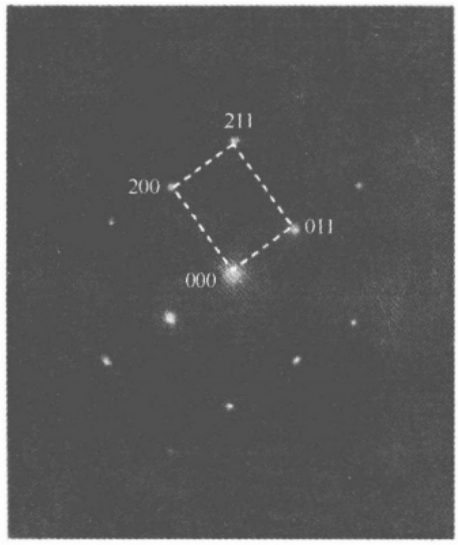
$$\begin{array}{ccccccc}h_1 & k_1 & l_1 & h_1 & k_1 & l_1\\ & \searrow & \searrow & \searrow & & \\ h_2 & k_2 & l_2 & h_2 & k_2 & l_2\end{array}$$

$$u \qquad v \qquad w$$

竖线内的指数交叉相乘后相减得出 $[uvw]$，最后得出的 $[uvw]$ 值应按照晶向指数的要求化简为互质数。

2. 规定：指数 1 和指数 2 的选择为逆时针方向，并且 $\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_2$ 的夹角小于等于 90°，否则得出的晶带轴指数相反。

求出晶带轴指数后，写在花样下方，斑点指数写在花样中的斑点处，一般标出特征四边形的 4 个斑点即可，注意整齐统一，见图4-11。



B=[$0\bar{1}\bar{1}$]

图 4-11 单晶体电子衍射花样标定

至此，花样标定完成。

电子衍射花样标定的方法还有查表法、花样对照法等，其基本的步骤都是从特征四形的边长比和夹角入手。查表法和对照法，使用简单，方便快速，但只限于常见的晶系、晶体，不是所有的物相都有相应的表格或标准花样可用，因而在使用中受到限制。掌握了 D 值尝试法，原则上可以标定世界上现存的已知相（PDF 卡片中载有的相）花样，并能加深对查表、对照法的理解；如果需要标定的花样数量很大，还可以依据 D 值尝试法的步骤编写计算机专用程序进行标定。另外，深入理解 D 值尝试法，对学习掌握大型晶体学分析软件也会有所帮助。

多晶体电子衍射花样是一系列同心环，从花样的形成原理可以知道，每一衍射环的半径就是电子衍射公式中的 R，按照电子衍射公式计算出各环对应的 d 值，通过比对 PDF 卡片，即可确定各环的指数。应当注意的是：多晶体花样的指数是顺次出现的，同 X 光衍射的结果相同。

4.4.2 常见晶系单晶体电子衍射花样标定实例

例 4-2 面心立方晶体电子衍射花样标定

奥氏体钢单晶衍射花样中，特征四边形的 $OA = R_1 = 10.00\text{mm}$、$OB = R_2 = 10.00\text{mm}$、$OC = R_3 = 16.80\text{mm}$，$\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_2$ 夹角 $\varphi_1 = 70°$，$\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_3$ 夹角 $\varphi_2 = 35°$，相机常数 $L\lambda = 2.050\text{mm} \cdot \text{nm}$，标定这个花样。

解：特征四边形如图 4-12 所示。

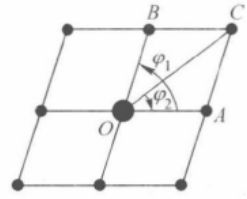


图 4-12 特征四边形

① 计算 d 值，确定物相。奥氏体为面心立方结构，晶格常数 $a = 0.3585\text{nm}$。按公式 $L\lambda = Rd$ 计算 3 个面间距 d 值，同 PDF 卡片 d 值比对，相对误差小于 5% 的晶面族为 {111}、{111} 和 {022}，见表 4-2。

表 4-2 奥氏体的 3d 值与对应的晶面指数

项　目	d_1	d_2	d_3
测量计算 d 值/nm	0.2050	0.2050	0.1220
PDF 卡片 d 值/nm	0.2070	0.2070	0.1268
对应晶面指数	111	111	022

② 尝试确定具体指数。任意确定 A 点指数为 111，尝试确定 B 点指数为 $\bar{1}11$，用立方系晶面夹角公式计算夹角余弦：

$$\cos\varphi_1 = \frac{1}{\sqrt{3}\times\sqrt{3}} = 0.333,\ \varphi_1 = 70.55$$

测量值：$\varphi_1 = 70°$，误差 0.55°，确定 A 和 B 点指数分别为 111 和 $\bar{1}11$，则 C 点指数为 022。

③ 检验。把 111 和 022 带入夹角公式：

$$\cos\varphi_2 = \frac{4}{\sqrt{3}\times\sqrt{8}} = 0.8165 \qquad \varphi_2 = 35.26°$$

测量值 $\varphi_2 = 35°$，误差 0.26°，标定正确。

④ 计算晶带轴指数。$B = [0\bar{1}1]$，标注花样，见图 4-13。

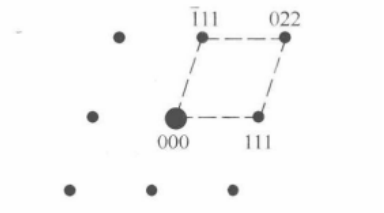


图 4-13 花样标注

例 4-3 六方系晶体电子衍射花样标定

低合金钢中 ε 碳化物的电子衍射花样，特征四边形的 $OA = R_1 = 9.0$mm、$OB = R_2 = 10.3$mm、$OC = R_3 = 16.5$mm，R_1 和 R_2 夹角 $\varphi_1 = 64.0°$，R_1 和 R_3 夹角 $\varphi_2 = 36.0°$，相机常数 $L\lambda = 2.150$mm·nm，标定这个花样。

解： 特征四边形如图 4-14 所示。

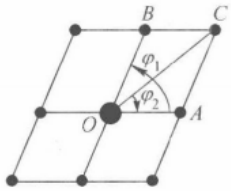


图 4-14 特征四边形

① 计算 d 值，确定物相。ε 碳化物为密排六方结构，$a = 0.2754$nm，$c = 0.4349$nm。按公式 $L\lambda = Rd$ 计算 3 个面间距 d 值，同 PDF 卡片值比对，相对误差小于 5% 的晶面族为 {010}、{011} 和 {111}，见表 4-3。

表 4-3 ε 碳化物的 3d 值与对应的晶面指数

项　目	d_1	d_2	d_3
测量计算 d 值/nm	0.2389	0.2087	0.1303
PDF 卡片 d 值/nm	0.2386	0.2092	0.1313
对应晶面指数	010	011	111

② 尝试确定具体指数。任意确定 A 点指数为 100，尝试确定 B 点指数为 $01\bar{1}$，用六方系晶面夹角公式计算夹角余弦：

$$\cos\varphi = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + \frac{1}{2}(h_1k_2 + h_2k_1) + \frac{3}{4}\left(\frac{a^2}{c^2}l_1l_2\right)}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + h_1k_1 + \frac{3}{4}\frac{a^2}{c^2}l_1^2}\cdot\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + h_2k_2 + \frac{3}{4}\frac{a^2}{c^2}l_2^2}}$$

$$= \frac{0.5}{1.12064} = 0.44617$$

$$\varphi = 63.50°$$

测量值 $\varphi = 64.0°$，误差 0.5°，确定 A 和 B 点指数分别为 100 和 $01\bar{1}$，则 C 点指数为 $11\bar{1}$。

③ 检验。把 100 和 $11\bar{1}$ 带入六方系夹角公式：

$$\cos\varphi_1 = \frac{1.5}{1.80439} = 0.83131 \qquad \varphi_1 = 33.8°$$

测量值 $\varphi_1 = 35°$，误差 1.2°，标定正确。

④ 计算晶带轴指数。$B = [011]$，标注花样见图 4-15。

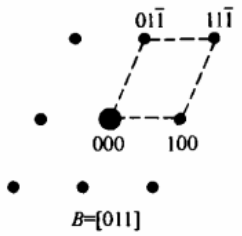


图 4-15 花样标注

例 4-4 正交系电子衍射花样标定

渗碳体衍射花样中，特征四边形的 $OA = R_1 = 9.8$mm、$OB = R_2 = 10.0$mm、$OC = R_3 = 13.4$mm，$\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_2$ 夹角 $\varphi_1 = 95°$，$\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_3$ 夹角 $\varphi_2 = 47°$，相机常数 $L\lambda = 2.050$mm·nm，标定这个花样。

解：特征四边形如图 4-16 所示。

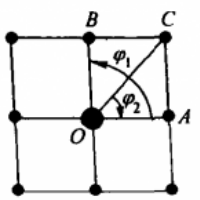


图 4-16 特征四边形

① 计算 d 值，确定物相。渗碳体为正交结构，$a = 0.4523$nm，$b = 0.5088$nm，$c =$

0.6743nm。按公式 $L\lambda = Rd$ 计算 3 个面间距 d 值，同 PDF 卡片 d 值比对，相对误差小于 5% 的晶面族为 {121}、{210} 和 {131}，见表 4-4。

表 4-4 Fe_3C 的 3d 值与对应的晶面指数

项　目	d_1	d_2	d_3
测量计算 d 值/nm	0.2092	0.2050	0.1529
PDF 卡片 d 值/nm	0.2107	0.2067	0.1515
对应晶面指数	121	210	131

② 尝试确定具体指数。任意确定 A 点指数为 $\bar{1}\,\bar{2}1$，尝试确定 B 点指数为 $2\bar{1}0$，用正交系晶面夹角公式计算夹角余弦：

$$\cos\varphi_1 = \frac{\dfrac{h_1h_2}{a^2}+\dfrac{k_1k_2}{b^2}+\dfrac{l_1l_2}{c^2}}{\sqrt{\dfrac{h_1^2}{a^2}+\dfrac{k_1^2}{b^2}+\dfrac{l_1^2}{c^2}}\cdot\sqrt{\dfrac{h_2^2}{a^2}+\dfrac{k_2^2}{b^2}+\dfrac{l_2^2}{c^2}}}$$

$$= \frac{-2.0507}{4.7475\times 4.8389} = -0.08926$$

$$\varphi_1 = 95.12°$$

测量值 $\varphi_1 = 95°$，误差 0.12°，确定 A 和 B 点指数分别为 $\bar{1}\,\bar{2}1$ 和 $2\bar{1}0$，则 C 点指数为 $1\,\bar{3}1$。

③ 检验。把 $\bar{1}\,\bar{2}1$ 和 $1\bar{3}1$ 带入夹角公式：

$$\cos\varphi_2 = \frac{20.4882}{4.7475\times 6.4694} = 0.6671 \qquad \varphi_2 = 48.16°$$

测量值 $\varphi_2 = 47.0°$，误差 1.16°，标定正确。

④ 计算晶带轴指数。$B = [125]$，标注花样，见图 4-17。

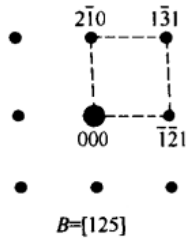


图 4-17 花样标注

可以看出，D 值尝试法是用晶体的 3 个晶面间距、两个夹角的数值进行标定。不同晶系的电子衍射花样都可以用 D 值尝试法进行标定，其区别仅在于不同的晶系需应用该系的晶面夹角公式。

4.4.3 花样标定的内标法

应用电镜给出的相机常数能满足花样标定的一般需要，但相机常数是透镜电参数的函数，电流、电压的微小波动会给相机常数带来误差，这直接影响了面间距值的准确计算，而有些晶体不同面间距的差值往往很小，依据有误差的相机常数计算面间距，往往给物相鉴定和指数确定带来困难。这时可采用内标法进行花样标定。

内标法要求在试样上喷镀金膜，衍射中得到试样衍射花样和金的衍射环，由内到外测量 Au 的 3 个衍射环半径，分别乘以 Au 的 d_{111}、d_{200}和 d_{220}，求出平均值，是相机常数的准确值，再用准确相机常数计算试样面间距的准确值，进而标定花样。

对析出相花样准确标定，也可以在一张底片上得到基体和析出相两套衍射花样，由基体斑点求出准确相机常数，再测量、计算析出相的准确面间距，进行花样标定。

思 考 题

4-1 概述电子衍射的特征和应用。

4-2 理解倒易点阵的定义。

4-3 画出电子衍射的反射球图解，说明衍射几何条件。

4-4 画图说明倒易点经结构振幅加权后成为倒易杆。

4-5 什么是偏离矢量?

4-6 推导电镜中的电子衍射公式。

4-7 奥氏体单晶衍射花样中，特征四边形的 $OA = R_1 = 10.00\text{mm}$、$OB = R_2 = 10.00\text{mm}$、$OC = R_3 = 16.80\text{mm}$，$\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_2$ 夹角 $\varphi_1 = 70°$，$\boldsymbol{R}_1$ 和 $\boldsymbol{R}_3$ 夹角 $\varphi_2 = 35°$，相机常数 $L\lambda = 2.050\text{mm} \cdot \text{nm}$，应用 D 值尝试法标定这个花样。

扩充学习——复杂电子衍射花样

电镜中的复杂电子衍射花样包括高阶劳厄带、超点阵斑点、二次衍射斑点和菊池线等。这里介绍高阶劳厄带和菊池线。

1. 高阶劳厄带

电镜中的薄晶体试样，倒易点成为倒易杆。如果晶体的点阵常数较大，则其倒易平面的间距很小，电子衍射中除了零层倒易面与反射球面相交外，上层或下层倒易平面的倒易杆也有可能和反射球面相交，从而形成了所谓高阶劳厄带花样，见图 1。反射球面和上一层倒易面相交时形成的斑点称 +1 阶劳厄斑点，同样还可能有 +2 阶、+3 阶……。若入射束和晶带轴稍有倾斜，则下一层倒易面也有可能和球面相交形成 −1 阶、−2 阶劳厄斑点。应注意的是只有零层倒易面上的 $\boldsymbol{g}$ 矢量和晶带轴是垂直的，而 ±1、±2……

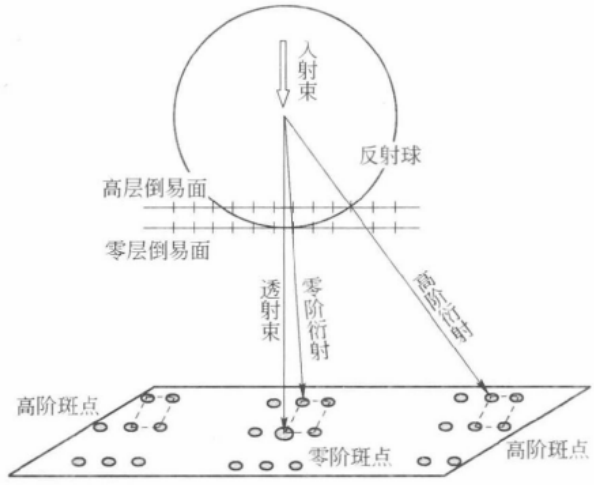


图 1　高阶劳厄带的形成

阶倒易面上的斑点和球面上 0* 连接成的 g 矢量和晶带轴并不垂直，因此高阶层上的劳厄斑点并不构成一个晶带，晶带轴 r 和倒易矢量 g 符合广义晶带定理，即

$$r \cdot g = N \qquad N = \pm 1、\pm 2 \tag{1}$$

高阶劳厄带花样的标定可分为两步进行。首先标定零层倒易面的斑点，方法与标定一般单晶体花样相同。因为高阶斑点和零层斑点的分布规律相同，所以只要求出高阶斑点和零层斑点之间的水平位移矢量，便可对高阶区进行标定。此外，还可以利用带有高阶斑点的标准衍射花样和测定的花样进行比对来标定高阶斑点。

花样中存在高阶劳厄斑点虽然使衍射谱变得复杂，但可以给出衍射晶体更多的信息，例如，可以利用高阶斑点消除 180°不唯一性和测定薄晶体的厚度等。

2. 菊池线

一些缺陷较少、晶体厚度较大的样品，在衍射花样内还会出现明、暗成对的平行线条，这种线对就是菊池线（Kikuchi），如图 2 所示。

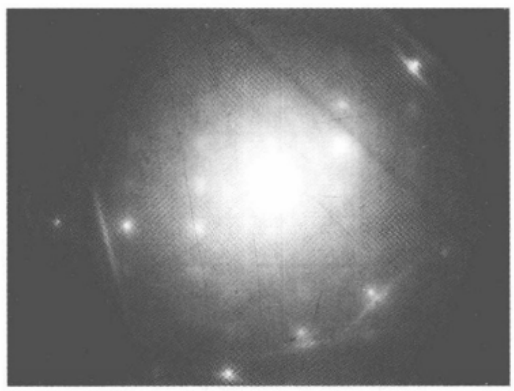


图 2　铝合金的菊池线

菊池线的形成可依据图3作定性说明。入射电子在较厚试样中发生非弹性散射。散射强度呈水滴状分布，强度随散射角变化，散射角愈小，强度愈大，这一特征也可以用水滴状中的矢量表示，矢量长的散射波散射角小，强度高。强度分布如图3下方曲线所示，这种强度的分布是衍射花样的背景强度。

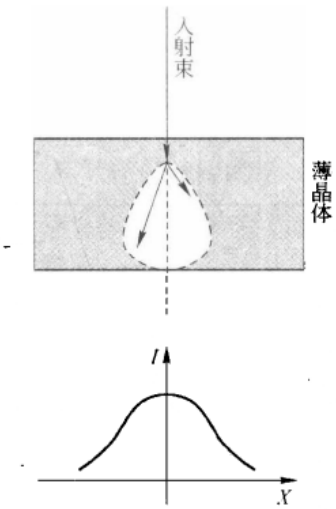


图3 入射波在试样中发生非弹性散射

入射波在晶面组（*hkl*）内发生非弹性散射，对于水滴状散射波两侧的晶面而言，入射波的散射矢量不同，亦即强度有强有弱。当波长变化较小时，两侧晶面都符合布拉格条件，此强、弱入射波形成强衍射和弱衍射。两个衍射波散射方向不同，于是背底上强衍射波和弱衍射波发生位置转换，在正态分布的背底强度上形成强衍射峰和弱衍射峰，见图4。

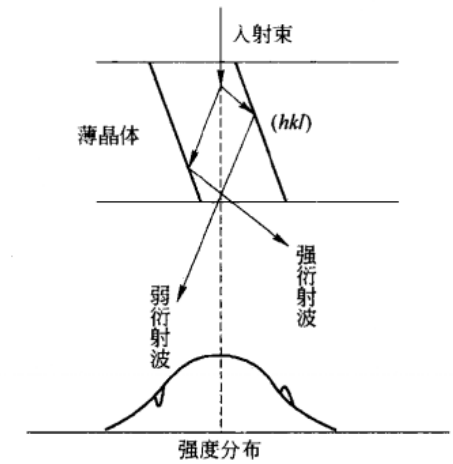


图4 非弹性散射波发生布拉格衍射

入射电子的非弹性散射波，是在晶体内散射点处向空间各方向上传播的，对于

（hkl）晶面而言，符合布拉格条件的全部散射波都与晶面成 θ 角（$2d\sin\theta=\lambda$），于是这些散射波形成一对圆锥，衍射锥的强度由散射波强度决定，所以这一对衍射锥的强度一强一弱。两衍射锥同荧光板相交，得到一明一暗两条交线。由于明、暗线来自于同一组晶面（hkl），所以两线严格平行、两线间距与（hkl）晶面间距相关。

图 5 给出的菊池线明、暗线间距与（hkl）晶面间距的关系。可知如果把圆锥暗线和中心斑点 000 重合时，亮线将和衍射斑点 hkl 重合，因此亮、暗线对之间的垂直距离就是单晶体衍射花样中透射斑和衍射斑之间的距离 R，显然，菊池线的标定方法和单晶衍射花样的标定方法是相同的，如果已知相机常数，就可根据衍射基本公式，由量得的线对间距 R 求出面间距 d，再依据不同平行线对的夹角进行计算、标定。

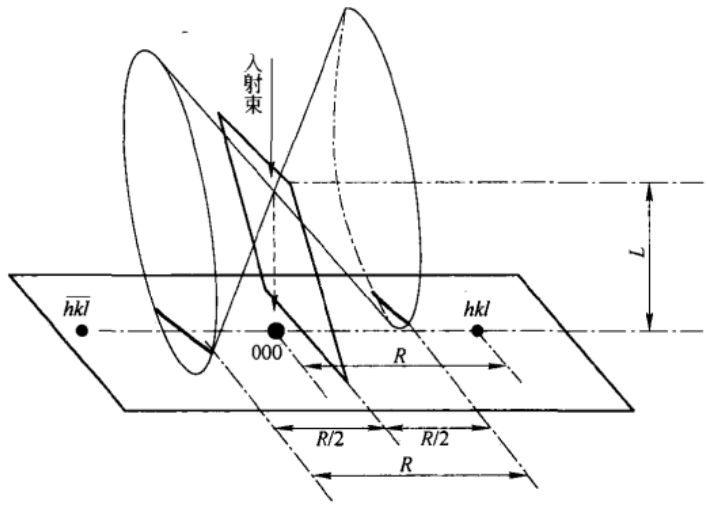


图 5　强－弱衍射锥与荧光板相交形成明线和暗线

图 6 绘出了电子束沿［001］方向入射时的菊池线和相应的衍射斑点位置。由于电子束是对称入射的，所以菊池线位于中心斑点和衍射斑点连线的中间位置（即 $R/2$ 处）。菊池线对的中线（图 6 中虚线），实际上是衍射晶面的迹线（晶面和底片的交线）。同一晶带晶面菊池线的中线必定交于一点，这个交点就是晶带轴［uvw］的投影

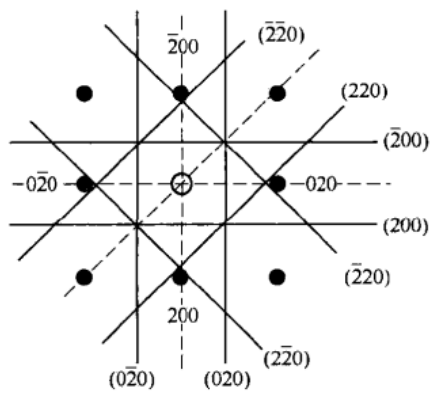


图 6　菊池极

点，称为菊池极。同理可以画出其他低指数晶带的菊池花样，把这些花样拼接起来就可以得到晶体的菊池图。菊池图是透射电子显微分析中确定晶体位向的重要工具。

利用菊池线可以精确地测定晶体的方位。薄晶体样品作少量倾动时衍射斑点的位置基本不变（只有强度变化），但与之相对应的菊池线会产生较大的位移。衍射斑和菊池线在样品倾动时相对位置的变化可用图 7 所示的方法来说明。图 7a 为对称入射的情况，其中 P、Q 线分别表示菊池圆锥的亮、暗线。图的下方给出了同指数斑点和菊池线在底片上的投影像。此时亮、暗线对位于 $\pm R/2$ 的位置上，偏离矢量 $S \neq 0$。如果把薄晶体倾至图 7b 的精确符合布拉格条件的位置，暗线 Q 将和 000 重合，亮线和同指数斑点 hkl 重合，偏离矢量 $S=0$。

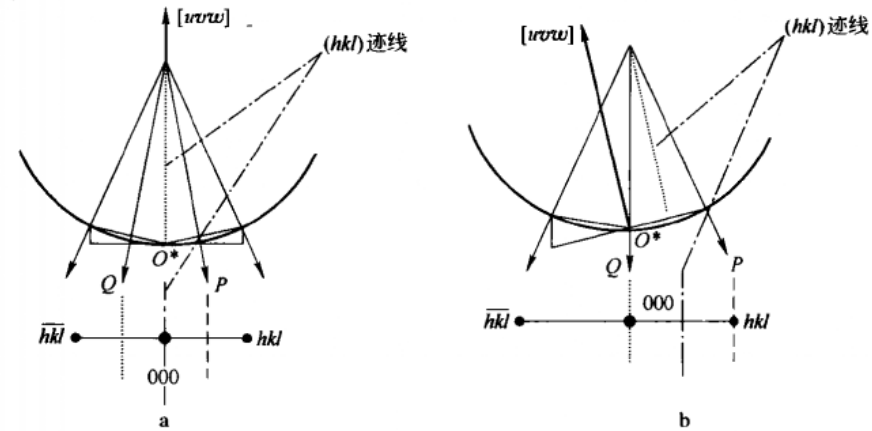


图 7 衍射斑点同菊池线的位置

a—电子束对称入射；b—非对称入射

对于衍射斑点而言，试样和电子束相对位置倾动 $\Delta\theta$ 角时，衍射斑也将以 O^* 为圆心以 g 矢量的长度为半径，向逆时针方向倾动 $\Delta\theta$ 角，使它在底片上产生一个相应的水平位移，但是因为 $\Delta\theta$ 角很小，g 矢量也很短，因此这个水平位移在像平面上不能为人眼所觉察，所以，一般认为样品作微量倾动时衍射斑的位置保持不变。

对菊池线而言，试样和电子束相对位置倾动 $\Delta\theta$ 角时，菊池线在像平面上以相机长度为半径绕倾斜轴扫动。若样品倾动 1°，即 $\Delta\theta = \pi/180\text{rad}$，相机长度 $L = 800\text{mm}$ 时，计算菊池线在像平面上的位移：

$$X = L \cdot \Delta\theta = 800\pi/180 = 14.0\text{mm}$$

可以看出菊池线对样品的倾动十分敏感。电镜中一般用菊池线作晶体位向分析，可达到误差小于 0.5°。

5 衍衬像分析

透射电子显微镜以单束成像方法形成的衍射衬度，是观察分析晶体缺陷的基础。本章介绍单束成像原理、衍射衬度运动学的基本概念，典型衍衬像及其分析方法。主要学习内容：明场像、暗场像；双束近似和柱体近似；衍衬运动学基本方程；典型缺陷衍衬像有位错、层错、界面、第二相；典型金属组织衍衬像有：马氏体、贝氏体、珠光体。衍衬像的基本分析方法：明场像－暗场像－衍射花样对应分析。

5.1 衍衬成像原理

在理想状态下，在像平面上得到的像应该是后焦面上全部衍射束在像平面处干涉形成的。但对于薄晶体试样，由于试样相邻区域厚度基本相同，构成原子相同，使这种试样不能形成有效的质厚衬度，因此观察薄晶体试样一般应用单束成像的方法，得到“衍射衬度”。依据衍衬运动学近似，设后焦面处只有透射束和一支强衍射束，单束成像就是用透射束或这只强衍射束单独成像。

设晶体薄膜内的同一晶粒中，在入射电子束照射下，（*hkl*）晶面组处于衍射位置，在后焦面的衍射花样中，形成一个和透射束强度相当的衍射束。在后焦面处插入尺寸足够小的物镜光阑，把透射束或衍射束挡掉，而只让一支电子束通过光阑孔在像平面形成图像，这就是单束成像。用透射束成像得到的图像称为明场像，用一支衍射束成像得到的图像称为暗场像。由于衍射束偏离透镜的中心，暗场像往往出现彗星差，成暗场像时用电子束倾斜装置把成像衍射束平移到像平面（荧光板）的中心再成暗场像，能明显提高图像质量，这种暗场像称为中心暗场像。图 5-1 说明了明场像、暗场像和中心暗场像的形成过程。

在运动学条件下，透射束和衍射束的强度之和等于电子束的入射强度，这使得明场像的衬度特征恰好与暗场像相反。由于暗场像的衍射束来自于特定晶面，所以该晶面如果存在位错、层错等缺陷，会使晶面畸变导致衍射强度发生变化，晶体缺陷就会在暗场像（明场像）中得到确定反映，这种衍衬成像是晶体缺陷分析的主要方法。

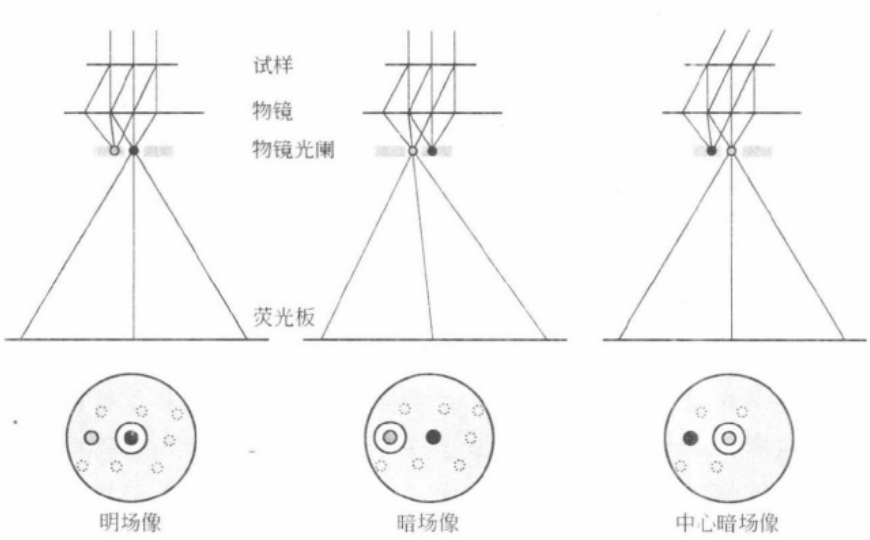


图 5-1 单束成像原理

○— 衍射束；●— 透射束；O— 光阑孔；◌— 弱衍射束

5.2 衍衬运动学物理模型

5.2.1 基本假设

衬度可以理解为图像上各像点强度（亮度）的差别。衍射衬度是由于成像束（透射束或衍射束）符合布拉格条件程度不同，得到的衍射强度不同而形成的衬度。由于衍衬像的单束成像，即在成像过程中滤掉了其他衍射束，所以形成的图像的细节必定有所损失，并且由于衍射效应的存在，会形成一些特定的不代表晶体特征的条纹像，这些造成了衍衬像同实际成像物体的差异。为此，衍衬像首先需要衍衬运动学做出基础说明。衍衬运动学的内容是依据高能量电子束透射薄晶体的实际做出基本假设，计算各像点的衍射强度，得出衍衬运动学基本方程，依据方程定性地解释晶体缺陷衍衬像的基本特征。运动学的物理模型直观、简明，对于大多数衍衬现象都能给出较好的定性说明。

电镜中成衍衬像的基本条件是：晶体试样很薄，通常只有几十纳米，由此假设电子束通过晶体样品时不引起多次散射和吸收；成像的另一个前提是透射束强度远大于衍射束强度，由此假设衍射束和透射束之间没有能量的交换。简言之，运动学的基本假设是：假设试样对电子束没有吸收和多次散射，假设透射束和衍射束之间没有能量交换。

在这两个假设条件下计算晶体的衍射强度，计算中运动学理论突出主要环节，做出两个近似。

5.2.2 双光束近似和柱体近似

5.2.2.1 双光束近似

电子束透过薄晶体试样成像时，假设除了透射束外只存在一支较强的衍射束，而其他晶面都完全偏离布拉格条件，衍射强度均可视为零。这支较强衍射束的反射晶面位置接近布拉格条件，但不是精确符合布拉格条件（即偏离矢量 $s \neq 0$）。这个假设称为双束近似。双束近似给出两个结果：其一，衍射束的 $s \neq 0$，使衍射束的强度远比透射束弱，从而保证衍射束和透射束之间没有能量交换（如果衍射束很强，将发生透射束和衍射束之间的能量转换，此时必须用动力学方法计算衍射束强度）；其二，若只有一支衍射束，则衍射束的强度 I_g 和透射束的强度 I_T 之间存在互补关系，即

$$I_0 = I_g + I_T \tag{5-1}$$

式中，I_0 是入射电子束强度；I_g 是衍射束强度；I_T 是透射束强度。

5.2.2.2 柱体近似

假设入射束透过试样形成的透射束和衍射束，来自于一个小晶柱，晶柱由一组晶胞由上而下顺次排列组成，晶柱的截面积等于一个晶胞的上表面积，其厚度等于试样的厚度，这个假设称为柱体近似。试样由一系列晶柱排列而成，相邻晶柱内的衍射波没有相互作用。每个晶柱是一个成像单元，当不同的晶柱由于缺陷、位向或结构不同给出不同的衍射强度时，入射束透过的全体晶柱（试样）就给出一幅衍衬像，衍衬像反映了晶体的缺陷、位向或结构。图 5-2 是这种成像过程的示意图。

晶柱是由多层单胞构成的，运动学在双束近似和柱体近似的条件下，计算各层单胞衍射波的合波振幅，就可以得到衍射束的强度，依据衍射强度方程，说明各类衍衬像的特征。图 5-3 示意说明运动学计算衍射强度的过程。

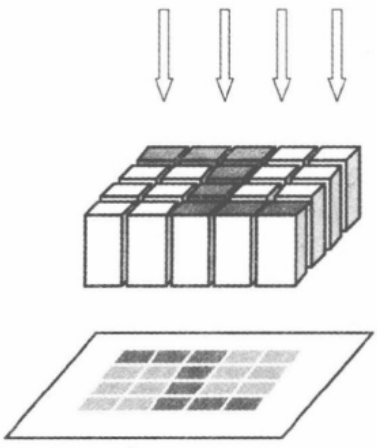


图 5-2 衍衬成像晶柱是成像单元

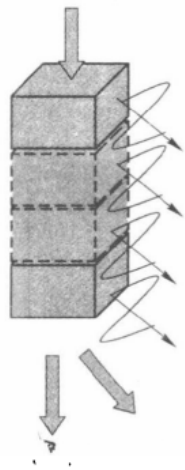


图 5-3 衍射强度计算

5.3 理想晶体的运动学分析

5.3.1 理想晶体衍衬运动学基本方程

设晶柱为完整晶体，在双束条件下，衍射束的合振幅等于从上表面到下表面各层单胞在衍射方向 k' 上的结构振幅叠加的总和。各单胞的结构振幅 F 相同，但各层单胞所处位置不同，在衍射方向上到达空间某位置形成波程差，由此导致位相差，见图 5-4。合振幅受各层单胞结构振幅 F 的位相差影响。

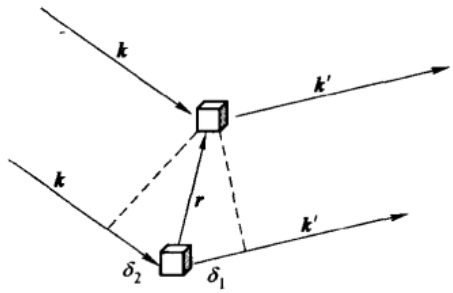


图 5-4 入射波和衍射波的波程差

首先计算这个相位差。考虑一般情况，设两个单胞相距为 $\boldsymbol{r}$，入射波矢量为 $\boldsymbol{k}$，衍射波矢量为 $\boldsymbol{k}'$，则在衍射方向的波程差：

$$\delta = \delta_1 + \delta_2$$

δ 等于 $\boldsymbol{r}$ 在 $\boldsymbol{k}$ 和 $\boldsymbol{k}'$ 上的投影之和：

$$\delta = \boldsymbol{k}' \cdot \boldsymbol{r} - \boldsymbol{k} \cdot \boldsymbol{r} = (\boldsymbol{k}' - \boldsymbol{k}) \cdot \boldsymbol{r}$$

当发生衍射时，$\boldsymbol{k}' - \boldsymbol{k} = \boldsymbol{g} + \boldsymbol{s}$，带入上式：

$$(\boldsymbol{g} + \boldsymbol{s}) \cdot \boldsymbol{r} = \boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{r} + \boldsymbol{s} \cdot \boldsymbol{r}$$

而

$\boldsymbol{g} = h\boldsymbol{a}^* + k\boldsymbol{b}^* + l\boldsymbol{c}^*$，$\boldsymbol{r} = u\boldsymbol{a} + v\boldsymbol{b} + w\boldsymbol{c}$，且在晶柱中 $s // r$，所以：

$$\delta = (\boldsymbol{g} + \boldsymbol{s}) \cdot r = (hu + kv + lw) + sr$$

波程差与位相差有如下关系：

$$\varphi = 2\pi\delta$$

所以：

$$\varphi = 2\pi(n + sr) = 2\pi sr$$

对于两个相邻单胞，$r=c$，则相邻单胞结构振幅的位相差为：

$$\varphi = 2\pi sc \tag{5-2}$$

由此求出整个晶柱各层单胞衍射波的合振幅：

$$A_g = \frac{i\pi}{\xi_g}\sum_1^n Fe^{-i\phi} \tag{5-3}$$

式中，A_g 为晶柱中各晶胞衍射波的合振幅；F 为晶胞的结构振幅；ξ_g 为消光距离，在加速电压确定条件下可视为常数；ϕ 为相邻晶胞结构振幅的位相差；n 为晶柱中的单胞数。式5-3表明：晶柱的合振幅等于各层晶胞的结构振幅按照位相差迭加的结果。这一过程可用振幅－周相图表示，见图5-5。

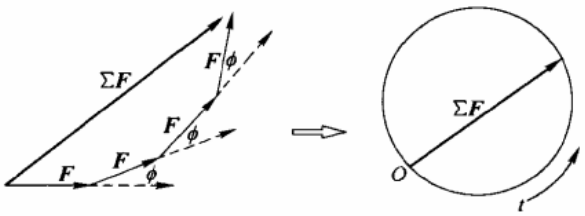


图5-5 振幅－周相图

由于各层单胞衍射波的 F 完全相等，一般情况下，把振幅－周相图等效成一个圆，并且用晶胞的晶格常数 c 替代结构振幅 F，如此，这个圆的周长就等于晶体的厚度 t，t 一般逆时针计量，圆的弦长为合振幅。由式5-3得出：

$$A_g = \frac{i\pi}{\xi_g}\sum_1^n Fe^{-i\phi} = \frac{i\pi}{\xi_g}\int_0^t \exp(-\pi isz)\,dz$$

$$\int_0^t \exp(-2\pi isz)\,dz = \frac{1}{2\pi is}(e^{-2\pi ist}+1)$$

$$= \frac{1}{\pi s}\frac{e^{\pi ist}-e^{-\pi ist}}{2i}\cdot e^{-\pi ist}$$

$$= \frac{1}{\pi s}\cdot \sin(\pi st)e^{-\pi ist}$$

代入式5-3中，得：

$$A_g = \frac{i\pi}{\xi_g}\frac{\sin(\pi st)}{\pi s}e^{-\pi ist} \tag{5-4}$$

衍射强度：

$$I_g = A_g \cdot A_g^* = \frac{\pi^2}{\xi_g^2}\frac{\sin^2(\pi st)}{(\pi s)^2} \tag{5-5}$$

式5-5称为衍衬运动学基本方程。方程表明，理想晶体的衍射强度 I_g 随样品的厚度 t 和偏离矢量 s 而变化。

5.3.2 衍衬运动学方程的基本结论

5.3.2.1 等厚条纹

对于方程5-5，设 s 为定值，即衍射晶面偏离矢量 s 保持恒定，晶体和电子束保持确定位向不变，此时式5-5可以改写为

$$I_g = \frac{(\pi s)^2}{(s\xi_g)^2}\frac{\sin^2(\pi st)}{(\pi s)^2} \tag{5-6}$$

作这个函数的图形，见图5-6，可以看出 I_g 随晶体厚度 t 的变化。显然，当 s = 常数时，

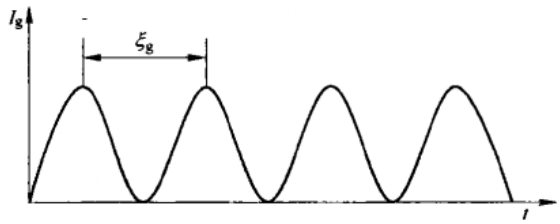


图5-6 衍射强度 I_g 随晶体厚度 t 的变化

衍射强度随样品厚度 t 的变化发生周期性振荡，振荡周期 $T = 1/s$，即当 $t = n/s$（n 为整数）时，$I_g = 0$；而当 $t = (n + 1/2)/s$ 时，衍射强度有极大值：

$$I_{g\,max} = \frac{1}{(s\xi_g)^2} \tag{5-7}$$

I_g 随晶体厚度变化周期性振荡这一运动学结果，可以定性地解释晶体样品楔形边缘处出现的厚度消光条纹。

图5-7为一个薄晶体，其一端是一个楔形的斜面，在斜面上的晶体的厚度 t 是连续变化的，故可把斜面部分的晶体分割成一系列厚度各不相等的晶柱。当电子束通过各晶柱时，柱体底部的衍射强度因厚度 t 不同而发生连续变化。根据式5-5的计算，楔形晶体边缘在衍衬图像上将得到几条亮、暗相间的条纹，每一亮－暗周期代表一个消光距离的大小。图5-8是铝合金的等厚条纹，图中右下部是孔洞。

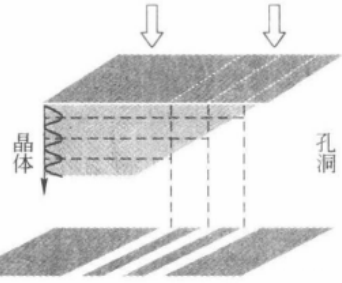


图5-7 楔形晶体的等厚条纹形成（暗场）

$$t_g = \xi_g = \frac{1}{s} \tag{5-8}$$

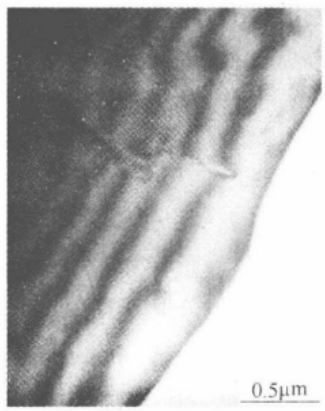


图 5-8 铝合金的等厚条纹

因为同一条纹上晶体的厚度是相同的，所以这种条纹叫做等厚条纹。由式 5-3 可知，消光条纹的数目实际上反映了薄晶体的厚度。因此，在进行晶体学分析时，可通过计算消光条纹的数目来估算试样的厚度。

5.3.2.2 界面条纹

上述原理也适用于晶体中倾斜界面的分析。这里的倾斜界面是指界面所处的位置与试样的表面（通称膜面）成一定角度。实际晶体内部的晶界、亚晶界、孪晶界和层错等都可以成为倾斜界面。图 5-9 是这类界面的示意图。左、右侧晶体分别处于衍射和透射位置，两个晶粒的界面相对于电子束倾斜。右侧处于透射位置的晶体可以视为孔洞；倾斜晶界处，相当于透射晶体的厚度逐渐减少，衍射晶体的厚度逐渐增加，因此界面处产生等厚条纹，称为界面条纹。由于界面处的原子排列较少，所以倾斜界面形成的等厚条纹一般都比较细小，且条数较少。图 5-10 为倾斜晶界的明场像，图中间的晶界处于倾斜位置，形成界面条纹。

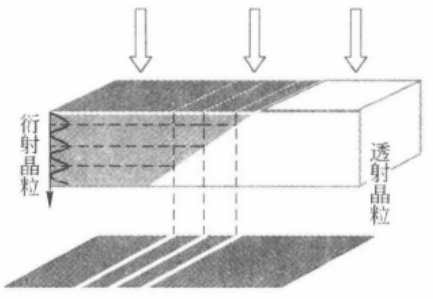


图 5-9 倾斜界面的厚度条纹形成（暗场）



图 5-10 铝合金晶界条纹（明场）

5.3.2.3 等倾条纹

对于式 5-5，设 t = 常数，I_g 随 s 而变，当 s = 0 时，衍射强度最大，即

$$I_g = \frac{(\pi t)^2}{\xi_g^{\ 2}} \tag{5-9}$$

其变化规律如图 5-11 所示。由图 5-11 可知，$s = \pm 1/t$、$\pm 2/t$、…时强度为零，当 s = 0 时强度有极大值，$s = \pm 3/2t$、$\pm 5/2t$、…时，I_g 有极值，强度逐次降低。

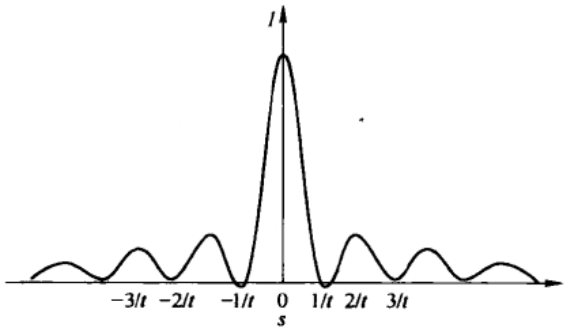


图 5-11 衍射强度随偏离矢量 s 的变化

图 5-11 反映了倒易空间中衍射强度的变化规律。由于 $s = \pm 3/2t$ 时的二次衍射强度峰值已经很小，所以可以把 $\pm 1/t$ 即 $s = 2/t$ 的范围，看做是偏离布拉格条件后能产生衍射强度的区域。电镜中晶体试样为薄片状，试样在 x、y 方向的厚度 t_x、t_y 远大于 z 方向上的厚度 t_z，各取其倒数，$2/t_z$ 远大于 $2/t_x$、$2/t_y$，以倒易点 hkl 为中心，作出这一强度分布区的形状，倒易点扩展成为杆状，这是运动学的基本结论之一（见 4.1.3 节）。

电镜观察中试样受到电子束轰击通常会发热膨胀，引起局部弯曲。此时薄晶体的厚度可视为常数，而晶体内处在不同位置的衍射晶面因弯曲而使它们和入射束之间存在不同程度的偏离，即薄晶体上各点具有不同的偏离矢量 s，因而各点处有不同的衍射强

度，这种情况下，在衍衬图像上可以出现条纹。图 5-12 示意地说明了这种 t = 常数，s 逐点发生改变的情况。图 5－12a 为晶体弯曲前的状态。入射束和（hkl）晶面处于对称入射的位置，偏离矢量大于 $2/t$，不发生衍射。因此在作明场像时，荧光板上呈现出均

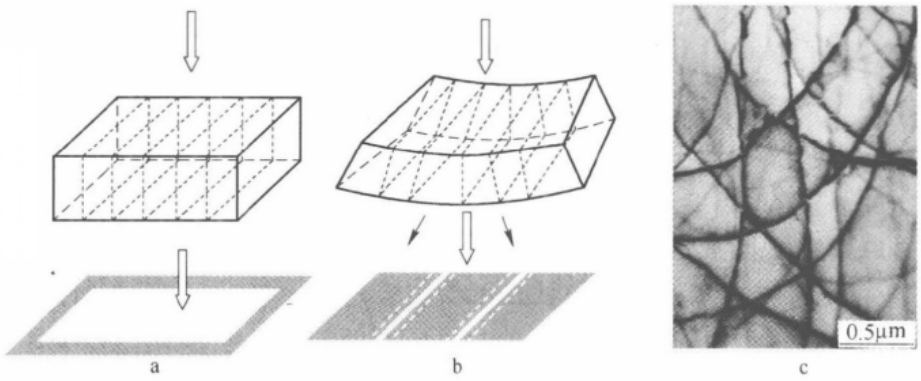


图 5-12 等倾条纹形成原理示意图

a—未弯曲晶体；b—晶体弯曲后衍射条件变化；c—铝合金中的等倾条纹（明场）

匀的亮度。图 5-12b 为晶体弯曲后的状态。由于样品上各点弯曲程度不同，（hkl）晶面相对于入射束的偏离程度发生逐渐变化，左右两边的晶面随离开弯曲中心距离逐渐增大，偏离矢量 s 的绝对值逐渐变小，因而可以找到确定的位置使 $s=0$，该位置的晶面和入射束之间符合布拉格条件，因此在这两个位置上电子衍射束有极大值，成暗场像时形成亮条纹，同一条纹上晶体偏离矢量的数值是相等的，所以这种条纹被称为等倾条纹。图 5-12c 是明场像，等倾条纹成黑色。

5.4 缺陷晶体的运动学分析

5.4.1 晶体缺陷引起的附加相因子

晶体一般都存在缺陷，从而使附近的点阵发生畸变。此时，柱体近似的小晶柱将发生某种变形，见图 5-13。这种变形一般用柱体内位于 z 深度处的体积元 dz 因受缺陷影响而发生的位移 $\boldsymbol{R}$ 来表示，称 $\boldsymbol{R}$ 为缺陷矢量。由于 $\boldsymbol{R}$ 的存在，理想晶体的坐标矢量 $\boldsymbol{r}$ 变为 $\boldsymbol{r}'$，有：

$$\boldsymbol{r}' = \boldsymbol{r} + \boldsymbol{R}$$

R 是位置（x，y，z）的函数，与柱体相对缺陷的位置有关。函数$R(z)$的具体形式，因缺陷的类型而异。例如：

面心立方晶体的全位错：$\boldsymbol{R} = \frac{1}{2}<110>$，不全位错：$\boldsymbol{R} = \frac{1}{6}<112>$，

层错：$\boldsymbol{R} = \frac{1}{3}<111>$或$\boldsymbol{R} = \frac{1}{6}<112>$。

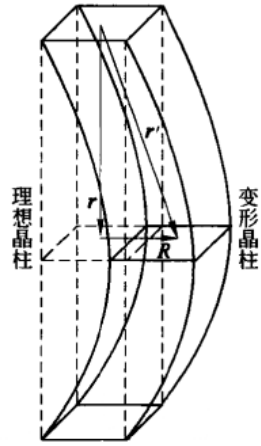


图 5-13 缺陷晶体的柱体近似

晶柱发生畸变后，位于 r' 处的体积元 dz 散射波的相位角为

$$\phi' = 2\pi(\boldsymbol{k}' - \boldsymbol{k}) \cdot \boldsymbol{r}' = 2\pi[(\boldsymbol{g} + \boldsymbol{s}) \cdot (\boldsymbol{r} + \boldsymbol{R})]$$
$$= 2\pi \boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{r} + 2\pi \boldsymbol{s} \cdot \boldsymbol{r} + 2\pi \boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{R} + 2\pi \boldsymbol{s} \cdot \boldsymbol{R}$$

式中，$\boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{r}$ 等于整数不计；$\boldsymbol{s} \cdot \boldsymbol{R}$ 数值很小可以略去；$\boldsymbol{s}$ 是偏离矢量；$\boldsymbol{r}$ 是晶胞间距，两者近似平行，故：

$$\phi' \approx 2\pi sr + 2\pi \boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{R} \tag{5-10}$$

缺陷晶体的衍射波振幅：

$$A_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \sum F e^{-i\phi'} = \frac{i\pi}{\xi_g} \sum F e^{-(2\pi sr + 2\pi \boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{R})}$$

令：

$$\alpha = 2\pi \boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{R} \tag{5-11}$$

则：

$$A_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \sum F e^{-i(\phi + \alpha)} \tag{5-12}$$

称 α 为附加相因子或缺陷相因子，即由缺陷引起的衍射波的附加相位角。

与理想晶体的式 5-4 相比较，可以发现，缺陷晶体的衍射振幅表达式 5-12 中出现了一个附加的相位角。一般地说，附加位相因子 α 使晶体缺陷附近物点的衍射强度有别于无缺陷的区域，从而使缺陷在衍衬图像中产生相应的衬度。

对于具体缺陷，$R(x, y, z)$ 是确定的；$\boldsymbol{g}$ 是发生强衍射晶面的倒易矢量，用这只衍射束所成的暗场像，以倒易矢量 $\boldsymbol{g} = [\,h\,k\,l\,]$ 作为标记，称 $\boldsymbol{g}$ 为操作反射，hkl 也就是相应衍射斑点的指数。可以理解，选用不同的 $\boldsymbol{g}$ 成像，同一缺陷将呈现不同的衬度特征。如果

$$\boldsymbol{g}\cdot\boldsymbol{R}=N \quad N=0、\pm1、\pm2、\pm3、\cdots \tag{5-13}$$

则

$$e^{-i(\varphi+\alpha)}=e^{-i(\varphi+2N\pi)}=e^{-i\varphi}$$

此时缺陷的衬度将消失，即图像为理想晶体衬度，缺陷不可见。称式 5-13 为“不可见判据”，在衍衬分析中用以鉴定缺陷的性质并测定缺陷的特征参量中有重要作用。

5.4.2 典型晶体缺陷的衬度分析

这里所指的晶体缺陷主要是层错、位错和第二相粒子，三种缺陷都可以使晶体畸变，形成衍射衬度。

5.4.2.1 层错

层错是面缺陷，发生在确定的晶面上。层错面两侧分别是位向相同的两块理想晶体，两者之间存在一个恒定的位移 $\boldsymbol{R}$。例如，在面心立方晶体中，层错面为 {111}，其位移矢量 $\boldsymbol{R}=1/3\ \langle 111\rangle$，表示晶体中发生移动，相当于抽去一层 {111} 晶面，形成内禀型层错；$\boldsymbol{R}=-1/3\ \langle 111\rangle$ 相当于插入一层 {111} 晶面，形成外禀型层错。

A 层错面平行于薄膜表面

层错面平行于薄膜表面，电子束垂直膜面入射。层错的衬度可用振幅 - 周相图来说明，见图 5-14。图 5-14a 中晶体的上表面为 O，在 D 位置处有平行膜面的层错，其缺陷矢量为 $\boldsymbol{R}$，有层错晶体的下表面为 C，无层错区晶体的下表面为 B，晶体 OB 处无层错为理想晶体，ODC 处有层错为缺陷晶体。设晶体为 FCC 结构，层错缺陷矢量 $\boldsymbol{R}=-1/6[112]$，选择操作反射 $\boldsymbol{g}=[200]$，则产生附加相因子 $\alpha=-2\pi/3$，相应的振幅 - 周相图见图 5-14b。理想晶体区的振幅 - 周相图是一个圆，从上表面 O 开始至下表面 B，合振幅为 OB。缺陷晶体区，晶体在 D 处产生附加相因子 α，则在振幅 - 周相图上相应的 D

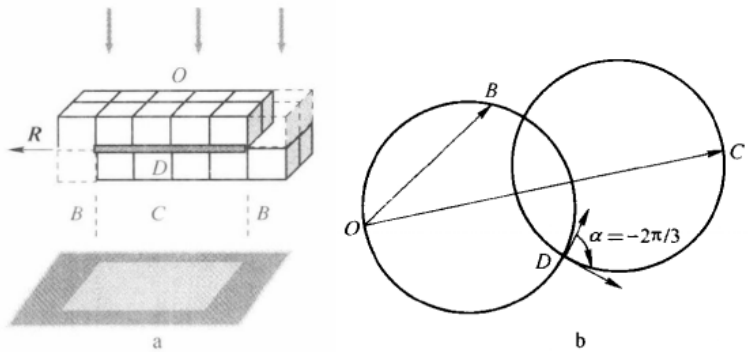


图 5-14 平行层错衬度的形成

a—平行层错与亮区；b—振幅 - 周相图

点，相位角在原来的基础上要迭加上 $\alpha = -2\pi/3$；D 点以下的晶体仍为理想晶体，其振幅－周相图是与原来 ODB 半径相等的圆，在此圆上确定 $DC = DB$，OC 就是层错区的合振幅。可见在层错区，衍射波从上表面 O 经过 D 发生相位角改变再到达下表面 C，形成了新的合振幅。一般情况下，$OB \neq OC$，所以平行膜面的层错衬度为一亮区或暗区。

B　层错面与薄膜表面倾斜

图 5-15 是薄膜内存在倾斜于表面的层错。薄膜中各晶柱的上表面为 O，下表面依次为 B、C、D、…，由于倾斜层错面的分割，层错面上下的晶体厚度不同，此时层错区域内的衍射波振幅仍由式 5-12 表示；但在该区域内的不同位置处，晶柱中层错面上、下两部分的厚度是逐点变化的。在振幅－周相图中，晶柱 OB、OC 和 OD 的层错面上部晶体的厚度分别为实线圆的 Ob、Oc 和 Od；下部分晶体的厚度分别为各虚线圆上的 bB、cC 和 Dd。由于晶体厚度的这种连续变化，导致各连续排列晶柱的合振幅由小到大连续变化，可以找到一些这样的位置：合振幅为零－极大－零－极大－零……。由此可以知道，倾斜于薄膜表面的层错衬度显示为平行于层错与上、下表面交线的亮、暗相间的条纹。图 5-16 是不锈钢中的倾斜层错的衍衬像。

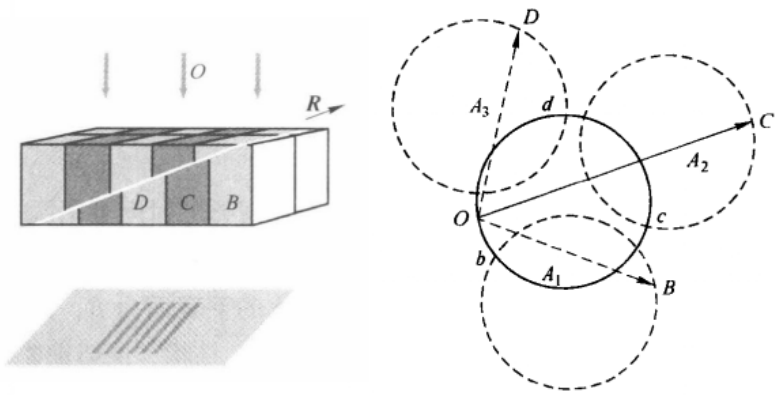


图 5-15　倾斜层错的衬度形成

a—倾斜层错与衬度条纹；b—振幅－周相图

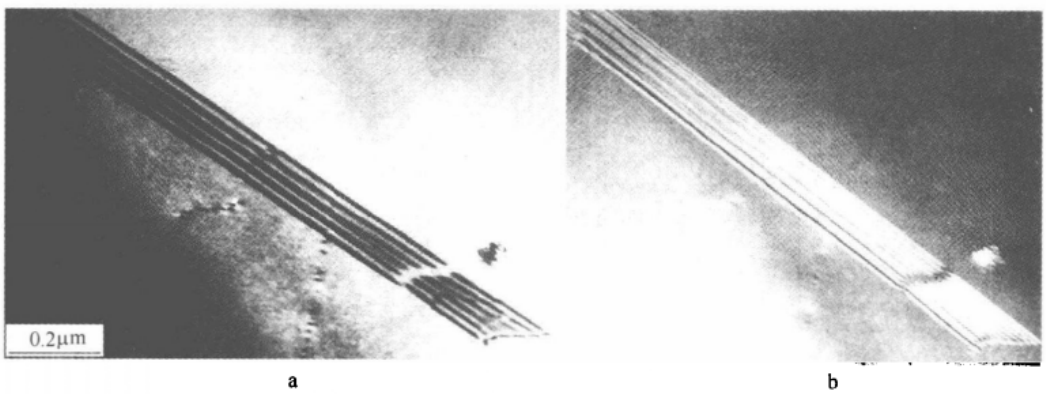


图 5-16　不锈钢中倾斜层错的衍衬像

a—明场像；b—暗场像

5.4.2.2 位错

一般说来，位错的存在使周围的晶面发生畸变，可使某一位置的晶面处于布拉格位置，得到强衍射束，用于成像就可以看到位错引起的衬度，这一过程可用图 5-17 说明。设一组晶面（hkl）其偏离矢量为 $\boldsymbol{S}_0 > 0$，晶面组中存在刃型位错线 D 而引起周围晶面畸变，由 D 引起的附加偏移矢量 $\boldsymbol{S}_b$ 在 D 两侧的符号必然相反，设 D 左侧的附加 $\boldsymbol{S}_b$ 与 $\boldsymbol{S}_0$ 同号，则右侧的 $\boldsymbol{S}_b$ 的符号与 $\boldsymbol{S}_0$ 反号。各晶面实际的偏移矢量 $\boldsymbol{S}$：

$$\boldsymbol{S} = \boldsymbol{S}_0 + \boldsymbol{S}_b$$

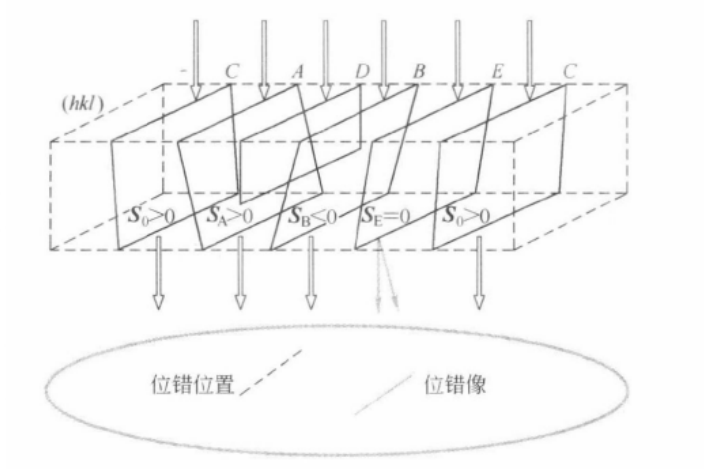


图 5-17 刃型位错衬度的产生及其特征

由于离开 D 的距离不同，各晶面处 $\boldsymbol{S}_b$ 逐渐变化，离开 D 愈远其绝对值愈小。在 D 左侧的 A 位置：$\boldsymbol{S}_0$ 和 $\boldsymbol{S}_b$ 同号，所以 $\boldsymbol{S}_A = \boldsymbol{S}_0 + \boldsymbol{S}_b > 0$；$D$ 右侧 B 位置：$\boldsymbol{S}_0$ 和 $\boldsymbol{S}_b$ 符号相反，若 $\boldsymbol{S}_0 < \boldsymbol{S}_b$，有 $\boldsymbol{S}_B < 0$；而位错引起的 $\boldsymbol{S}_b < 0$ 且逐点变化，离开 D 愈远其值愈小，故可以找到一个位置 E 使 $\boldsymbol{S}_0 = -\boldsymbol{S}_b$，有：

$$\boldsymbol{S}_E = 0$$

于是 E 位置的晶面给出强衍射束，以它为操作反射成像，可以观察到位错的衍射衬度。需要指出的是，这里的位错像在偏离位错线实际位置的右侧。如果衍射晶面的原始偏离参量 $\boldsymbol{S}_0 < 0$，则位错线的像将出现在其实际位置的左侧。另外，由于位错引起的附加 $\boldsymbol{S}$ 逐渐变化，符合布拉格条件的晶面有一定范围，这使位错线的像总是有一定的宽度（一般 3 ~ 10nm 左右）。图 5-18 是 6063 铝合金中位错的明场像。位错衬度的这种特征，运用衍衬运动学理论同样能够给出很好的定性解释。

图 5-19 中的晶体中有一条和表面平行的螺位错，螺位错附近晶面畸变，考虑距离位错中心为 X 的小晶柱，根据螺型位错线周围原子的位移特性，可以确定晶柱缺陷矢量 $\boldsymbol{R}$ 的方向和布氏矢量 $\boldsymbol{b}$ 方向一致。图 5-19 中 X 为晶柱和位错线之间的水平距离，Y 为位错线至膜上表面的距离，Z 为晶柱内深度，薄膜晶体的厚度为 t。因为晶柱位于螺型位错的应变场之中，晶柱内各点应变量都不相同，因此各点上 $\boldsymbol{R}$ 矢量的数值也不相

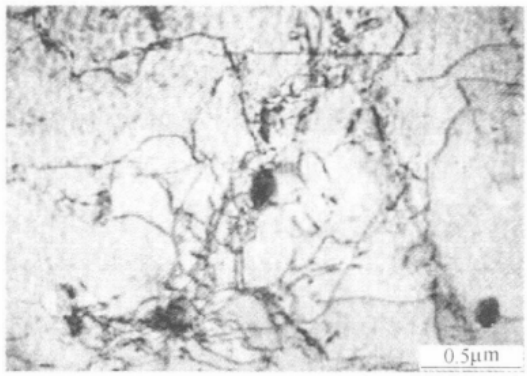


图 5-18 6063 铝合金的位错明场像

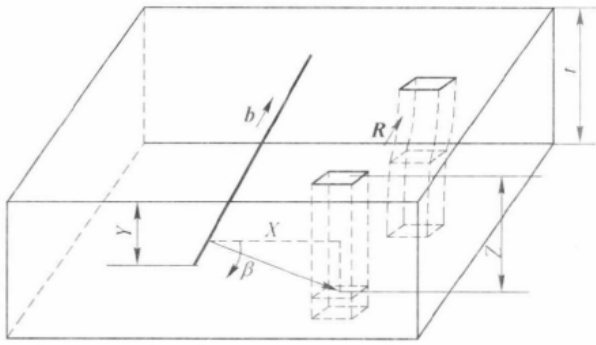


图 5-19 与膜面平行的螺位错线使晶柱畸变

同，即 $\boldsymbol{R}$ 应是 X、Y、Z 的函数。注意到 β 角旋转一周时，螺位错旋转 2π，此时，螺位错的畸变量正好是一个布氏矢量长度，所以有：

$$\frac{b}{R}=\frac{2\pi}{\beta}$$

$$R=b\frac{\beta}{2\pi}=\frac{b}{2\pi}\tan^{-1}\frac{Z-Y}{X}$$

带入到 $\alpha=2\pi\boldsymbol{g}\cdot\boldsymbol{R}$，有：

$$\alpha=\boldsymbol{g}\cdot\boldsymbol{b}\tan^{-1}\frac{Z-Y}{X} \tag{5-14}$$

可见缺陷相因子由操作反射、柏氏矢量和位错的位置（X，Y，Z）决定，同上述分析是一致的。

位错不可见判据 显然，晶体中存在位错时：

$$A_g=\frac{i\pi}{\xi_g}\sum Fe^{-i(\phi+\alpha)}$$

而完整晶体：

$$A_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \sum Fe^{-i\phi}$$

选择合适的操作反射 $\boldsymbol{g}$，使螺位错线附近的衬度不同于完整晶体，就可以观察到位错。如果选择操作反射使 $\alpha = 0$，则位错区域的衍射振幅与理想晶体相同，晶体将表现出理想晶体衬度，位错不可见。

此时：

$$\boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{b} = 0 \tag{5-15}$$

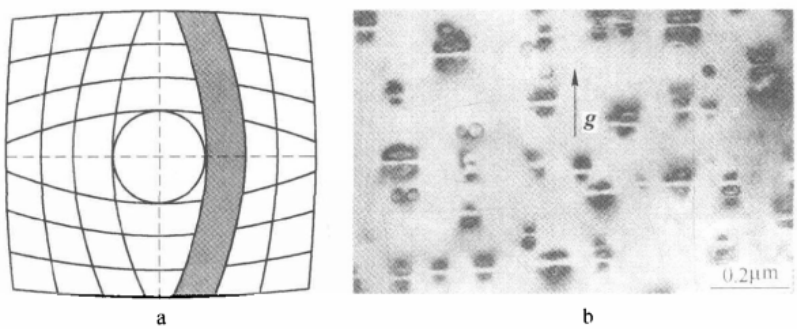
把式 5-15 称为位错线的“不可见判据”，利用它可以测定位错线的柏氏矢量。选择两个 $\boldsymbol{g}$ 矢量作操作反射时，如果位错线均不可见，就可以列出两个方程，即：

$$\begin{cases} (h_1\boldsymbol{a}^* + k_1\boldsymbol{b}^* + l_1\boldsymbol{c}^*) \cdot \boldsymbol{b} = 0 \\ (h_2\boldsymbol{a}^* + k_2\boldsymbol{b}^* + l_2\boldsymbol{c}^*) \cdot \boldsymbol{b} = 0 \end{cases} \tag{5-16}$$

标定衍射花样得出 $\boldsymbol{g}_1$ 和 $\boldsymbol{g}_2$ 的指数，解方程组即可求得位错线的柏氏矢量 $\boldsymbol{b}$。

5.4.2.3 第二相粒子

第二相粒子主要是指那些和基体之间处于共格或半共格状态的第二相粒子。它们的存在会使基体晶格发生畸变，由此引入了缺陷矢量 $\boldsymbol{R}$，使晶体产生畸变部分和不产生畸变的部分之间出现衬度的差别，因此，这类衬度被称为应变场衬度。应变场衬度产生的原因可以用图 5-20 说明。图 5-20a 给出了一个最简单的球形共格粒子，粒子周围基体中晶格的结点原子产生位移，使原来的理想晶柱弯曲成弓形，利用运动学基本方程分别计算畸变晶柱底部的衍射波振幅和理想晶柱（远离球形粒子的基体）的衍射波振幅，两者必然存在差别。但是，如果粒子和基体共格，则凡通过粒子中心的晶面都没有发生畸变（如图中通过圆心的水平和垂直两个晶面），用这些不畸变晶面作衍射面，则这些晶面上缺陷矢量 $\boldsymbol{R} = 0$，即 $\alpha = 2\pi\boldsymbol{g} \cdot \boldsymbol{R} = 0$，从而使穿过粒子中心晶面的基体部分不出现缺陷衬度。图 5-20b 为球形共格沉淀相的明场像，一个粒子分裂成两瓣，中间的线状区，亮度与基体相同，称为无衬度线。操作矢量 $\boldsymbol{g}$ 正好和这条无衬度线垂直，这是因为衍射晶面正好通过粒子的中心，晶面的法线为 $\boldsymbol{g}$ 方向，无衬度线与 $\boldsymbol{g}$ 垂直（如图 5-20b 所示），若选用不同的操作矢量，无衬度线的方位将随操作矢量而变。



a b

图 5-20 共格粒子的应变场衬度

a—第二相粒子引起基体晶格畸变示意图；b—不锈钢中含铜析出相的 TEM 像

显然，共格第二相粒子的衍衬图像并不反映该粒子真正的形状，这是一种因基体畸变而形成的间接衬度。

在进行薄膜衍衬分析时，样品中的第二相粒子不一定都会引起基体晶格的畸变，因此在荧光屏上看到的第二相粒子和基体间的衬度差别主要是由下列原因造成的。

（1）晶体位向衬度：第二相粒子和基体之间的位向存在差别。用第二相的衍射束成暗场像，可以使第二相粒子变亮。这是电镜衍衬分析过程中最常用的鉴别第二相的方法。

（2）结构振幅衬度：第二相的结构振幅和基体不同形成的衬度。一般说来，第二相的结构振幅比基体的大，则第二相在暗场像中亮，在明场像中暗，由此造成了结构振幅衬度。

（3）质厚衬度：第二相的原子构成一般与基体有较大区别，在试样制备过程中，第二相也易于同基体形成厚度差，由此形成质厚衬度。

（4）超点阵衬度：第二相粒子为有序结构而基体为无序固溶体，用粒子的超点阵衍射束成像可以得到清晰的超点阵衬度。

（5）水纹衬度：如果基体和粒子发生双衍射，可以形成水纹衬度。

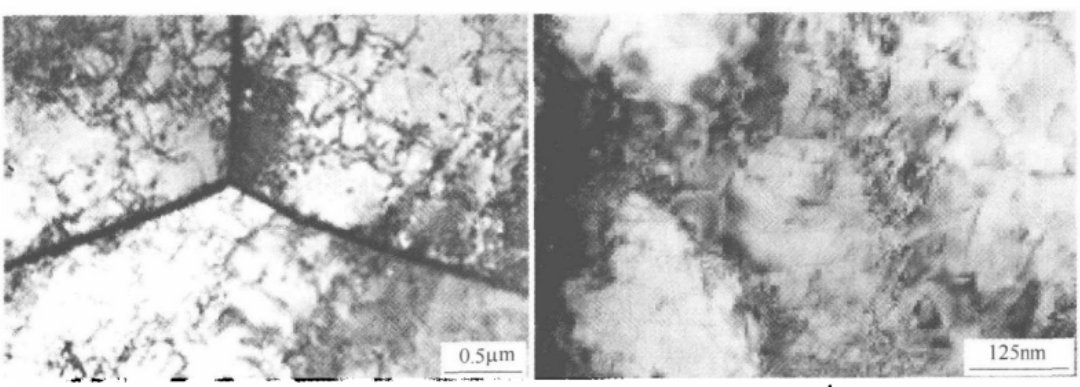
5.5 晶体的典型衍衬像和基本分析方法

晶体中典型的衍衬像可分为两类：典型金属组织，主要有珠光体、贝氏体、孪晶马氏体和位错马氏体；典型晶体缺陷，有位错、层错、界面和第二相。下面选择的电镜实验室和文献提供的典型衍衬像，可以作为学习和电镜衍衬分析的参考。

5.5.1 金属组织的衍衬像

5.5.1.1 铁素体

铁素体的基本特征是浅色基体上分布有位错，图 5-21 是低碳钢中铁素体的明场像。图 5-21a 为有三叉晶界的铁素体。图中三条明显的直线状衬度为晶界，三个晶粒中



a b

图 5-21 低碳钢中铁素体 TEM 明场像

的细线是位错。图 5-21b 为高倍下变形铁素体中的位错胞。

5.5.1.2 奥氏体

奥氏体在衬度上与铁素体相似，都是浅色基体上有位错分布，但奥氏体中常出现层错和孪晶。图 5-22 是钢中奥氏体的明场像。

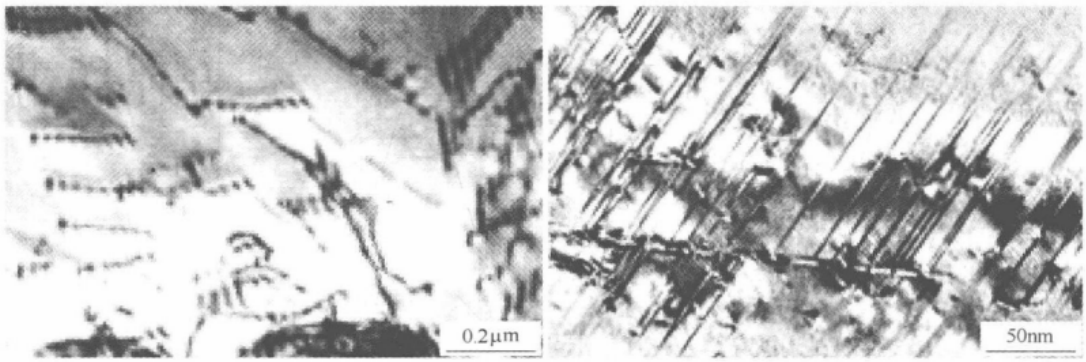


图 5-22 奥氏体钢的 TEM 明场像

图 5-22a 是双相钢中的奥氏体。位错线的点串状是由于位错在试样中处于倾斜位置，成像束的衍射效应形成的。图 5-22b 是 316LN 不锈钢的奥氏体，不规则细线是位错，平行细条状衬度是微孪晶。

实验材料是铁素体还是奥氏体，从钢的成分和热处理工艺上就能确定。当这两相共存难以区别时，可进行选区衍射，通过标定花样确认。

5.5.1.3 珠光体

珠光体由铁素体和渗碳体组成，呈质厚衬度。其形态与光学显微镜下看到的一致，但在电镜的高放大倍率下，可以看到铁素体基体中的位错。图 5-23 是珠光体的明场像。

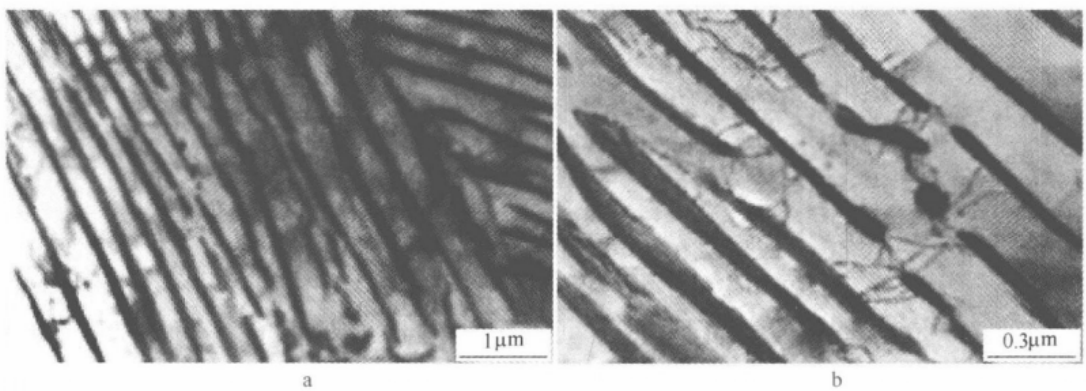


图 5-23 低碳钢中珠光体的 TEM 明场像

图 5-23 中是低碳钢中的珠光体，其中杆状、粒状衬度为渗碳体。图 5-23a 的两组平行渗碳体杆成不同位向。图 5-23b 杆间的细线是位错。

5.5.1.4 贝氏体

贝氏体种类较多，主要有上贝氏体和下贝氏体，其基本特征是铁素体 + 碳化物。图 5-24 是贝氏体的明场像。

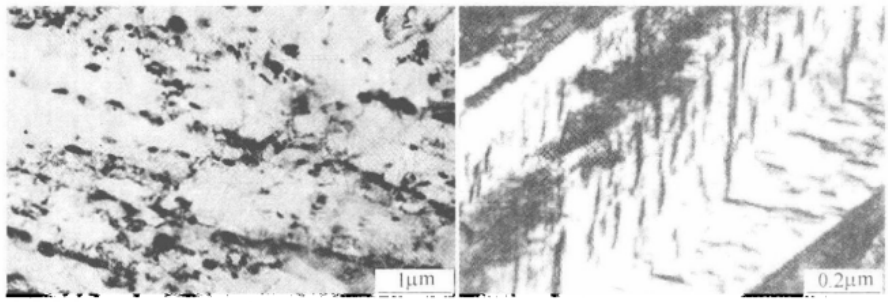


图 5-24 贝氏体的 TEM 明场像

图 5-24a 为 300M 钢中的上贝氏体，黑色粒状碳化物 M_7C_3 在铁素体条晶界处分布；图 5-24b 为富 Si 钢中的下贝氏体，铁素体条内分布有杆状碳化物。

5.5.1.5 位错马氏体

按照亚结构，马氏体可分为位错马氏体和孪晶马氏体，位错马氏体也称为板条马氏体或低碳马氏体，图 5-25 是位错马氏体的明场像。

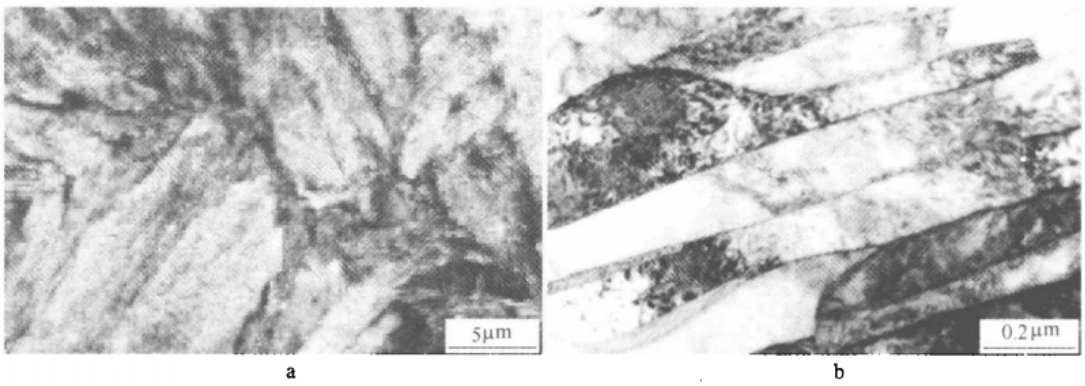


图 5-25 Q235 钢板条马氏体的 TEM 明场像

图 5-25a 是 Q235 钢的 TEM 低倍像，可以看到不同位向的板条束。图 5-25b 的高倍像中能分辨出马氏体的板条特征，板条内的线状衬度为位错，不同位向的板条亮度不同，属于位向衬度

5.5.1.6 孪晶马氏体

孪晶马氏体也称为透镜马氏体或高碳马氏体，其亚结构为孪晶。这种孪晶由密集排列的平行细线形成条形区域，各条区之间常有间隙，且宽度不等，长度参差不齐。图5-26是孪晶马氏体的明场像。

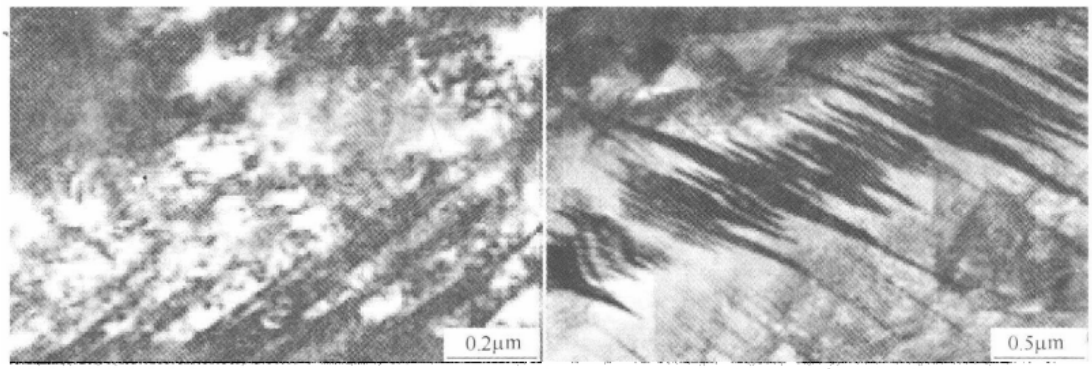


图5-26 孪晶马氏体的TEM明场像

图5-26a是普通结构钢TEM像，下部的平行条状衬度是孪晶马氏体，上部深色衬度是位错，密度较高；图5-26b是Fe-1C-17Cr钢中的孪晶马氏体，不规则的平行条形衬度是孪晶。

5.5.1.7 析出相

析出相的衬度主要有质厚衬度和应变场衬度。图像中得到的形态是析出相在荧光板上的投影，可以观察到其分布特征，计算出尺寸大小。图5-27是析出相的明场像。

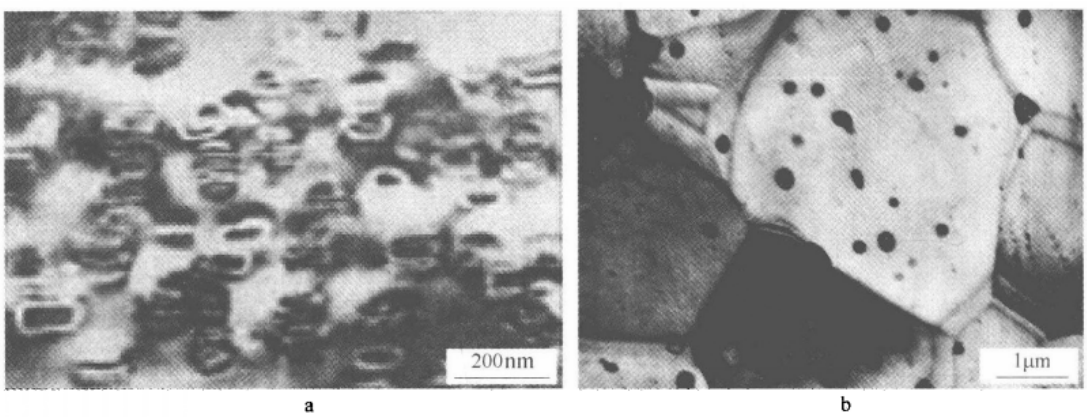


图5-27 析出相的TEM明场像

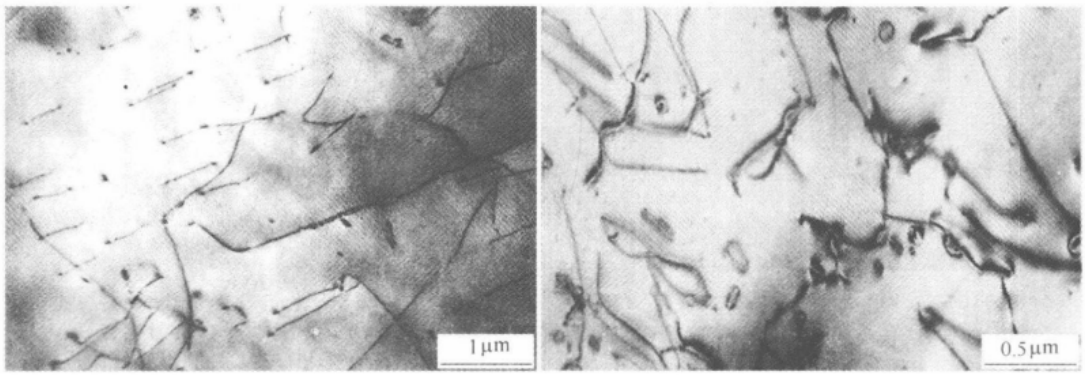
图5-27a是NiAl晶体中的γ′相，与基体共格形成应变场衬度，无衬度线与操作反射垂直。图5-27b为冷轧低碳钢再结晶退火后的TEM像，晶内点状衬度是退

火过程中析出的碳化物，沿原变形弱界面析出，所以在晶内呈线状排列。

5.5.2 晶体缺陷的衍衬像

5.5.2.1 平衡态位错

位错是晶体的线状缺陷，TEM 中位错线的形态纷杂，其基本特征为线状。平衡态位错一般比较平直，见图 5-28。



a b

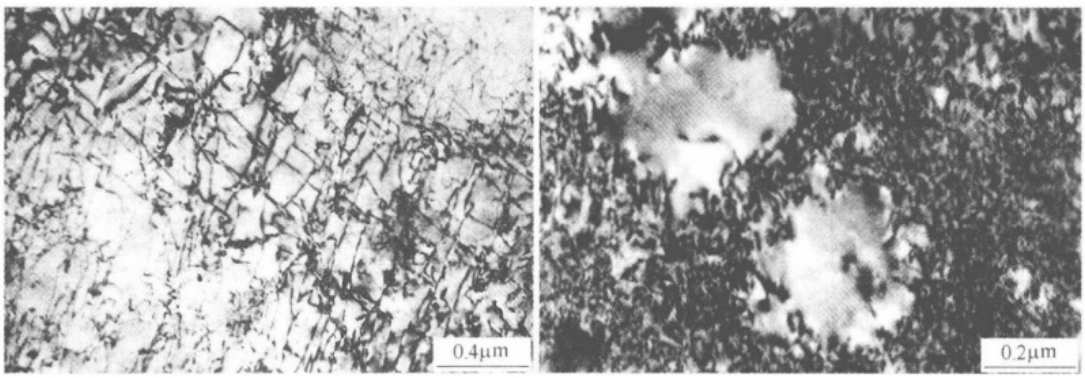
图 5-28 平衡态位错的 TEM 明场像

图 5-28a 是 α－γ 双相钢中的位错，位错线被细小析出相钉扎。图 5-28b 是 SiO_2 中的位错组态，可见到位错偶（双线处柏氏矢量符号相反）和位错环。

5.5.2.2 变形位错

材料变形时位错滑移和攀移，交互作用。图 5-29 是常见的两种位错组态。

图 5-29a 是高强钢中的位错。位错线基本上在两个方向上交叉排列，还可以看到位错攀移的“弓”形衬度。图 5-29b 是高锰奥氏体钢中的高密度位错和位错胞。

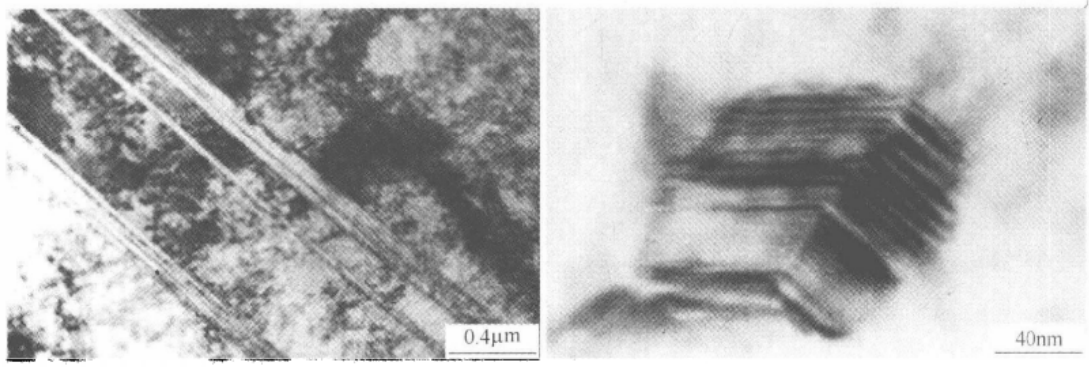


a b

图 5-29 钢铁变形后位错的 TEM 明场像

5.5.2.3 孪晶

孪晶为面缺陷，其衍衬像的特征是严格平行的条纹。图 5-30 是孪晶明场像。



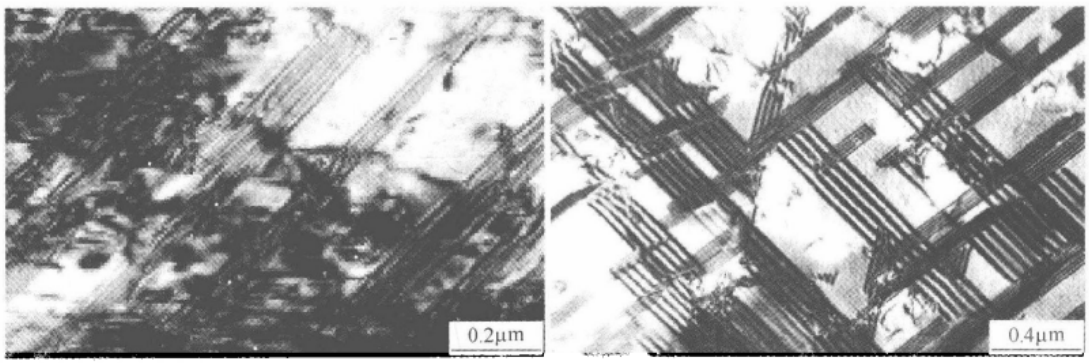
a b

图 5-30 孪晶的 TEM 明场像

图 5-30a 是 316L 不锈钢中的孪晶。孪晶条纹彼此严格平行，宽度和间距一般不会相同，孪晶之间有位错。图 5-30b 是过共析钢中 Cu 析出相纳米晶的双重孪晶，孪晶条纹在两个方向上各自平行排列。

5.5.2.4 层错

层错属于面缺陷。层错面与电子束垂直时仅形成亮（暗）区，观察中一般不必考虑；层错面与电子束相对倾斜时，形成具有一定宽度的严格平行条纹，见图 5-31。



a b

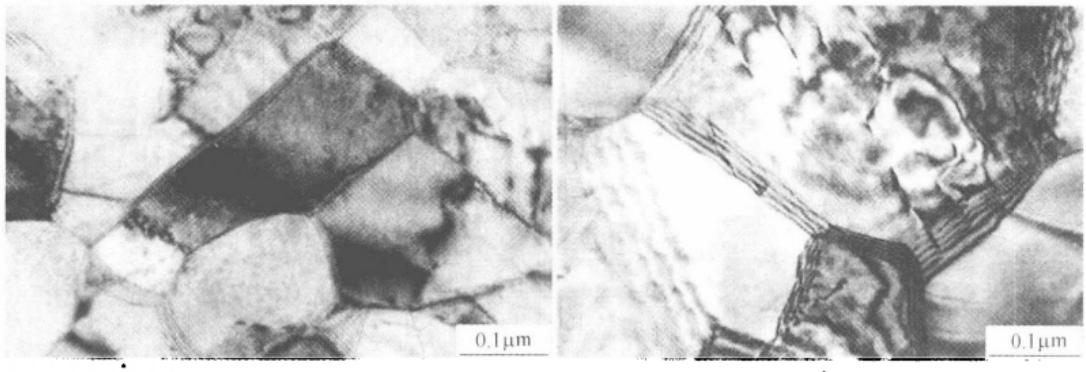
图 5-31 层错的 TEM 明场像

图 5-31a 是高锰奥氏体钢中的层错，层错条纹在一个方向上平行排列，其他线状衬度是位错。图 5-31b 是 Fe－Cr－Mn－C 钢中的层错，两组层错各自平行排列。

5.5.2.5 晶界与多晶体

晶界为面缺陷。晶界的衍衬像一般为沿着晶粒边界走向的一条线，当晶界与电子束

的位向相对倾斜时，晶界呈现出条纹，见图5-32。



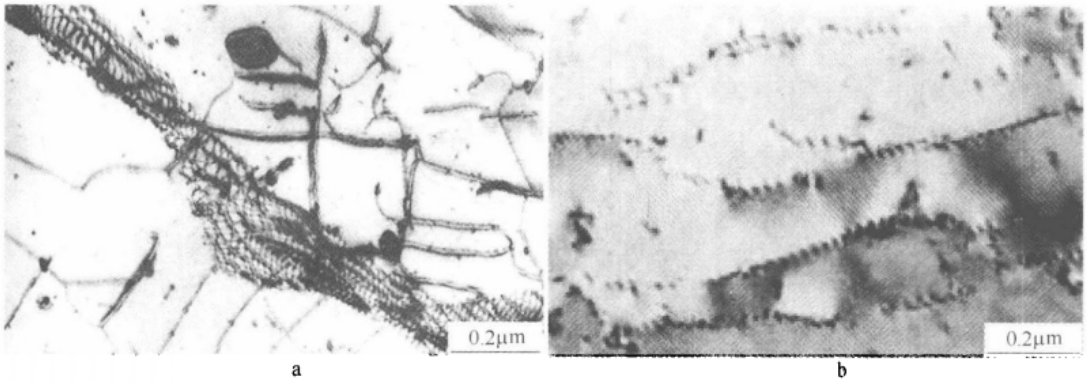
a b

图 5-32 晶界与多晶体的 TEM 明场像

图 5-32a 是低碳钢再结晶晶粒，多数晶界与电子束近似平行，晶界为线状，晶界两侧呈现不同的衬度，表明相邻晶粒的位向差。图 5-32b 是低碳钢退火晶粒的界面条纹，仅表示此时的晶界与电子束相对倾斜。

5.5.2.6 亚晶界

亚晶界由位错构成，图 5-33 是常见的两种亚晶界位错组态。图 5-33a 是 SiO_2 中的位错组态，网状衬度为小角亚晶界，还可见到位错偶。图 5-33b 是奥氏体钢中的单个位错呈线形排列，形成类似亚晶的胞状结构。



a b

图 5-33 由位错构成的亚晶界

5.5.3 衍衬像分析的基本方法

衍衬像分析的基本方法是“明场像 - 暗场像 - 衍射花样”的对应分析。这里介绍一个实际例子。

例 5-1 图 5-34 是低碳微合金钢的 TEM 像（Materials Science and Engineering A

435），试样取自焊接区的热影响区。图中 5-34a 为明场像，显示出不同方向的马氏体组织。

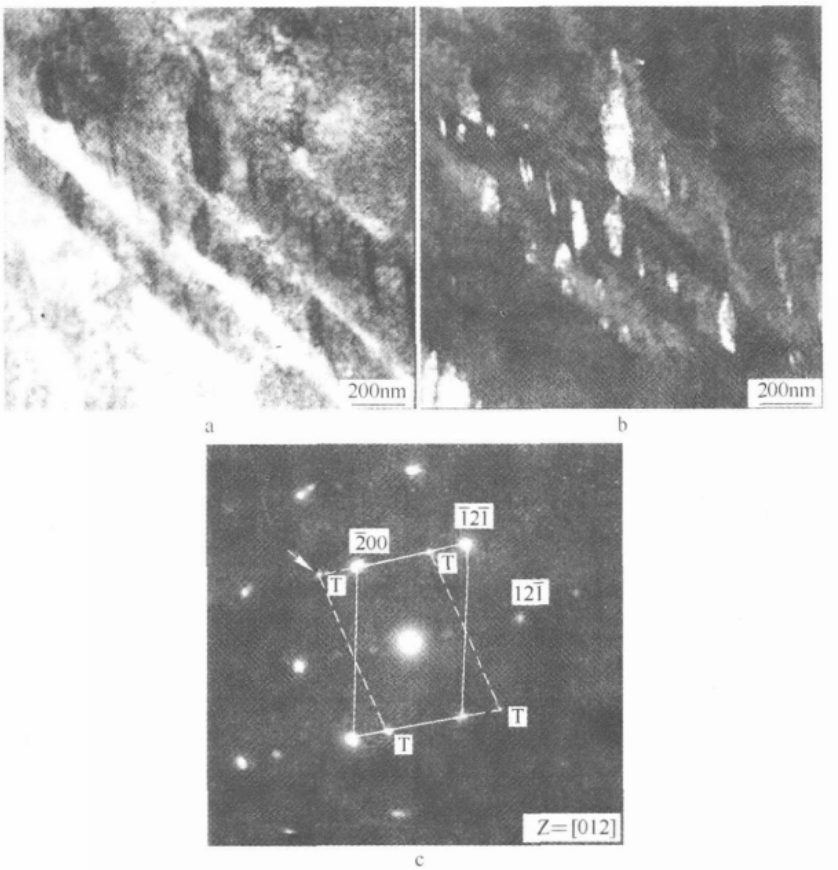


图 5-34　低碳微合金钢焊接区的 TEM 分析

作选区衍射得到孪晶花样（图 5-34c），两套斑点分别与不同位向的马氏体相对应。用孪晶的衍射斑点 $\bar{1}2\bar{1}$ 为操作反射（图 5-34c 中箭头所示），得到暗场像（图 5-34b），其中亮的部位为孪晶。可以看出各亮块平行排列，尺寸不同，具有相同位向。

思 考 题

5-1 画图说明衍衬成像原理。

5-2 说明什么是明场像、暗明场像和中心暗场像。

5-3 衍衬运动学的基本假设及其意义是什么？满足或接近基本假设的实验条件有哪些？

5-4 用理想晶体衍衬运动学基本方程解释等厚条纹和等倾条纹。

5-5 用振幅 - 周相图说明倾斜层错衬度条纹的产生。

5-6 依据位错和偏离矢量的概念，对位错衬度形成作出一般说明。

5-7 什么是缺陷不可见判据？如何用不可见判据来确定位错的柏氏矢量？

5-8 说明珠光体、马氏体、贝氏体衍衬像的特征。

5-9 说明位错、孪晶、层错与界面条纹的衬度特征。

5-10 掌握衍衬像的基本分析方法。

扩充学习——消光距离柏氏矢量测定和高分辨像

1. 消光距离

消光距离是衍衬动力学概念。衍衬运动学忽略了透射束和衍射束的相互作用。实际上入射电子受到原子强烈的散射作用，不考虑透射波和衍射波之间的相互作用会带来较大误差。设晶体的（hkl）晶面处于精确的布拉格位置，入射波只被激发成为透射波和（hkl）晶面的衍射波，考虑这两个波之间的相互作用。

当波矢量为 k 的入射波到达样品上表面时，随即开始受到晶体内原子的相干散射，产生波矢量为 k' 的衍射波。但是在此上表面附近，由于参与散射的原子或晶胞数量有限，衍射强度很小，随着电子波在晶体内深度方向上传播，透射（与入射波具有相同的波矢量）强度不断减弱，忽略非弹性散射引起的吸收效应，则相应的能量（强度）转移到衍射波方向，使衍射波的强度不断增大。当电子波在晶体内传播到一定深度时，由于足够的原子或晶胞参与了散射，将使透射波的振幅 F 下降为零，全部能量转移到衍射方向使衍射波振幅上升到最大，即透射强度和衍射强度发生了转化。

另外，必须注意到由于入射波与（hkl）晶面成精确的布拉格角 θ，那么衍射波也与该晶面成同样的角度，于是在晶体内逐步增强的衍射波也必将作为新的入射波激发同一晶面的二次衍射，其方向恰好与透射波的传播方向相同。随着电子波在晶体内深度方向上的进一步传播，这一阶段的能量转移过程将以相反的方式在下一阶段中被重复，衍射波的强度逐渐下降而透射波的强度相应增大。

这种强烈的动力学相互作用的结果，使 I_0 和 I_g 在晶体深度方向上发生周期性的振荡。振荡的深度周期叫做消光距离，记作 ξ_g。这里，“消光”指的是尽管满足衍射条件，但由于动力学互相作用而在晶体内一定深度处衍射波（或透射波）的强度实际为零。

理论推导结果表明

$$\xi_g = \frac{\pi V_c \cos\theta}{\lambda F_g}$$

式中，V_c 为单胞体积；λ 为电子波长；θ 为布拉格角；F_g 为结构振幅。

2. 位错柏氏矢量的测定

利用位错的不可见判据 $\boldsymbol{g}\cdot\boldsymbol{b}=0$，可以测量位错的柏氏矢量。基本方法是：

（1）在明场条件下，倾斜试样使被测量位错不可见；

（2）转到衍射模式，确定符合双束条件的衍射斑点，即最强的衍射斑点，就是对应的操作反射 $\boldsymbol{g}_1$；

（3）同样，得到 $\boldsymbol{g}_2$；

（4）标定衍射花样，得出 $\boldsymbol{g}_1$ 和 $\boldsymbol{g}_2$ 指数；

（5）解方程组

$$\begin{cases}\boldsymbol{g}_1 \cdot \boldsymbol{b}=0\\ \boldsymbol{g}_2 \cdot \boldsymbol{b}=0\end{cases}$$

结合晶体的实际柏氏矢量，可以确定该位错的柏氏矢量 $\boldsymbol{b}$。

同样可利用暗场法，即对衍射斑点逐一呈暗场像，求出位错不可见时的 $\boldsymbol{g}_1$ 和 $\boldsymbol{g}_2$，再解方程组求出 $\boldsymbol{b}$。图 1 是明场法和暗场法相结合求柏氏矢量的实际例子。

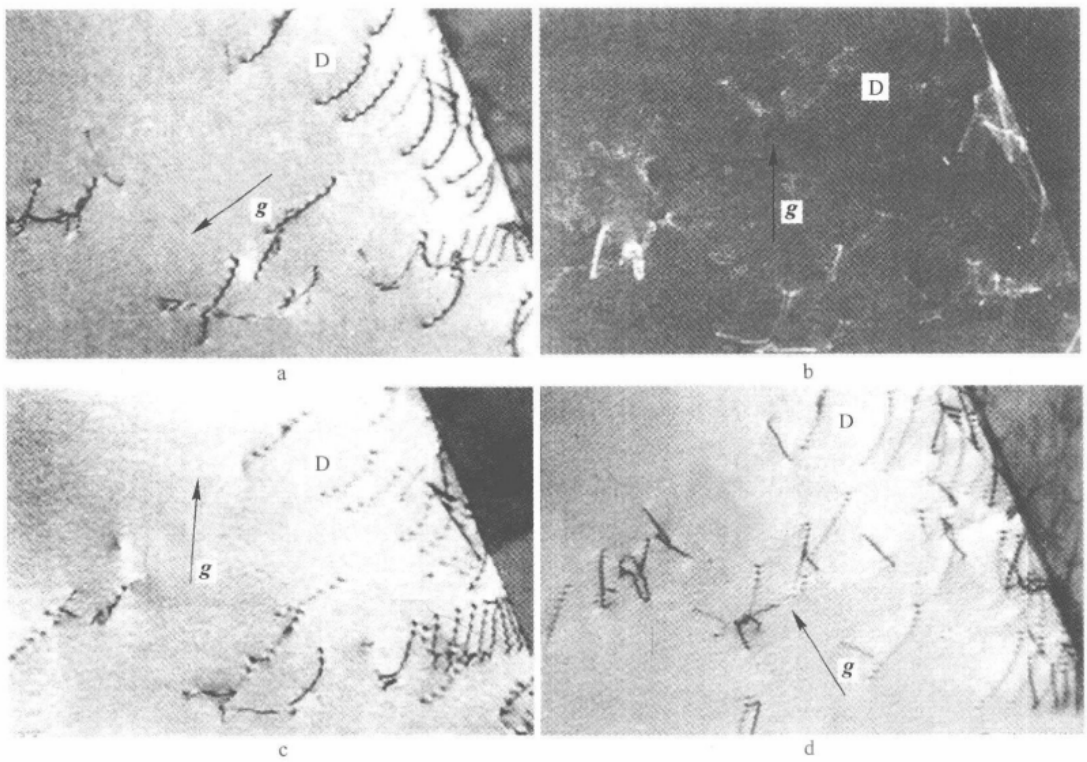


图 1　NiAl 合金中的柏氏矢量的测定

图 1a 中 $\boldsymbol{g}=[\bar{1}\,\bar{1}1]$，显示位错列 D；图 1b 中 $\boldsymbol{g}=[3\bar{1}\,\bar{1}]$，图 1c 中 $\boldsymbol{g}=[200]$，图 1d 中 $\boldsymbol{g}=[1\,\bar{1}\,\bar{1}]$，位错列 D 仅显残余衬度，计算得出柏氏矢量 $\boldsymbol{b}=\frac{1}{2}[01\,\bar{1}]$。

3. 高分辨像

高分辨电子显微像也称为相位衬度，是通过后焦面的复数波按位相差干涉形成的。

同单束成像的衍衬像相比，高分辨像用两束或多束成像，并且要求试样很薄，一般应小于5nm。在正焦时，成像束衍射波的合振幅没有明显变化；只有在失焦条件下，离焦量改变了各衍射波的相位差，才能得到可见衬度。这个成像条件称为高分辨成像的谢尔策（Scherzer）条件。电镜不同、试样厚度不同，谢尔策条件也不同。衍射条件和试样厚度不同，高分辨像给出的结构信息不同。这里简单介绍晶格条纹、二维晶格像和二维结构像。

晶格条纹 如果用物镜光阑选择后焦面上的两支波来成像，由于两个波干涉，得到一维方向上强度呈周期变化的条纹花样，这就是所谓的晶格条纹。与晶格像和结构像不同之处在于，它不要求电子束准确平行于晶格平面。在微晶和析出物等的实际观察中，经常利用透射波和衍射波干涉得到晶格条纹。

这种晶格条纹可以在各种试样厚度和聚焦条件下观察到。图2为FINEMET软磁材料晶格条纹和非晶高分辨像。材料由BCC结构的微晶和非晶组成，在高分辨像中，能观察到微晶中透射束和110衍射束形成的晶格条纹。微晶呈球形。在两个箭头所示的中间区域，能观察到非晶特有的“无序点状衬度”。可以看出，非晶被微晶包围着。从衍射花样中的110反射环明显宽化也可以知道有非晶存在。晶格条纹清晰的区域是（110）晶面衍射强的晶体，模糊的区域对应于（110）衍射弱的晶体。看不见晶格条纹的晶体，（110）处于非布拉格位置没有形成衍射波，透射波不产生大的衰减，呈现出明亮衬度。

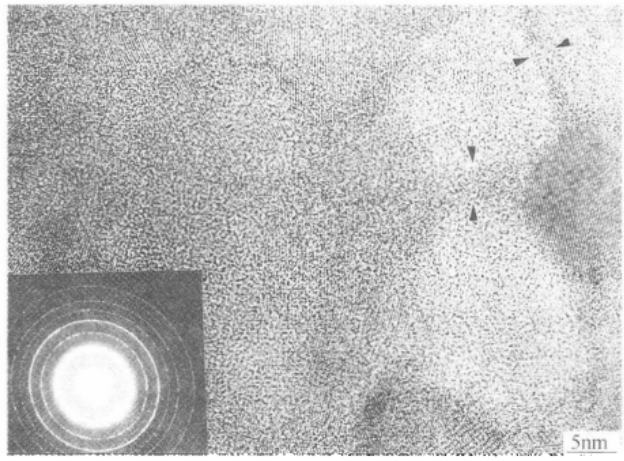


图2 FINEMET软磁材料晶格条纹和非晶高分辨像

二维晶格像 如果使电子束平行于晶体的某晶带轴入射，可以得到强度分布对称的电子衍射花样。选择衍射波和透射波干涉成像，能观察到二维晶格像。晶格像含有单胞尺度的信息，但不含原子尺度（单胞内原子排列）的信息。图3是沿β型SiC［110］轴入射，用000、002、$1\bar{1}1$成像得到的晶格像。能够看到碳化硅晶体中的几种缺陷。箭头所示的是孪晶界，S为层错，*b*—*c*、*d*—*e*等为位错。

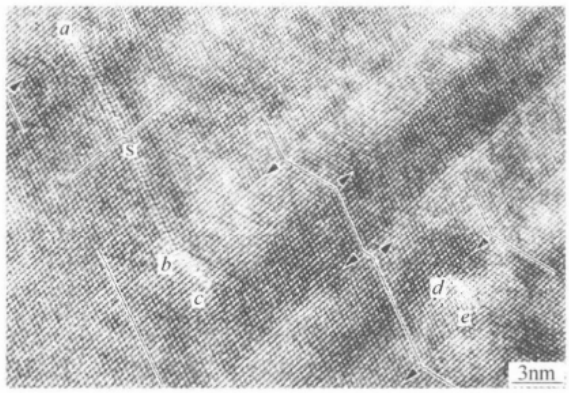
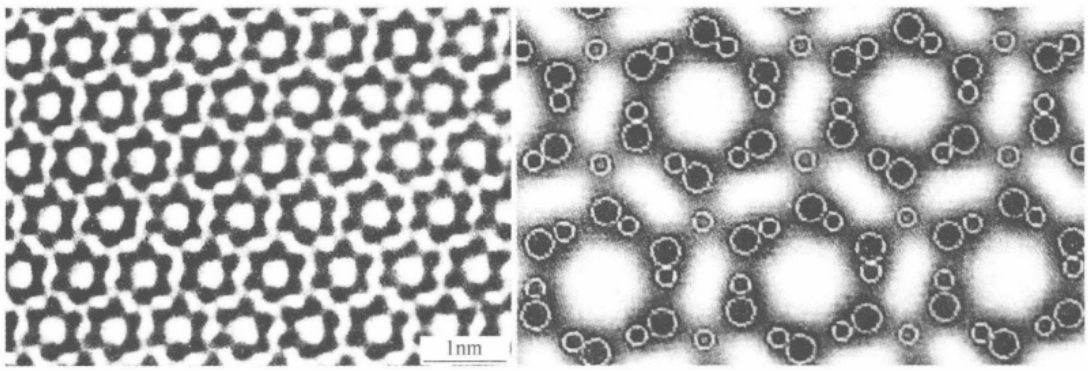


图3　β－SiC 的晶格像

二维结构像　图 4 是沿 β 型氮化硅 *c* 轴入射、采用多束成像得到的结构像。结构像



a　　b

图4　β－SiN 的高分辨像

a—二维结构像；b—计算机模拟像

只在参与成像的波振幅与试样厚度保持比例关系的薄区域才能观察到。因为参与结构像成像的衍射波较多，拍摄条件应限定在谢尔策聚焦附近。图像中暗点是势高（原子）的位置，亮点的位置没有原子，参照计算机模拟结果，可以确定出 N 和 Si 原子的位置。

6　扫描电子显微镜

扫描电子显微镜用高能电子束激发出固体试样的多种信号，主要有二次电子、背散射电子、特征 X 射线等。检测各类信号用来调制显示器可以形成表征试样不同特征的放大图像；其中最主要的是二次电子像和背散射电子像，二次电子像的分辨率已经达到 1nm 左右。本章主要学习内容：电子束与试样的相互作用、扫描电镜工作原理、二次电子衬度和背散射电子衬度、典型金属断口。

6.1　高能电子束与试样的相互作用

高能电子束（30～50keV）在真空中激发固体试样，会产生多种特征信号。这些有应用价值的信号可以用于对固体试样进行分析。主要信号有：背散射电子、二次电子、特征 X 光、俄歇电子等。图 6-1 是这些信号产生的示意图。

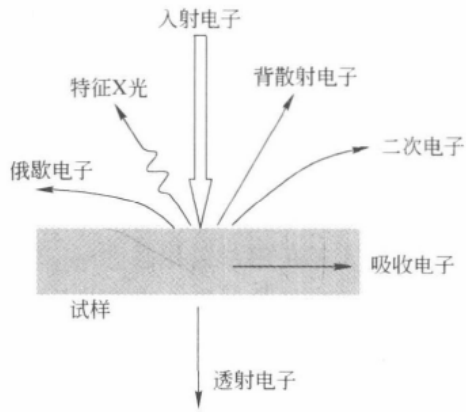


图 6-1　电子束激发固体试样产生信号

6.1.1　背散射电子

背散射电子是指被样品中原子核散射反弹回来的入射电子，散射角大于 90°，其能量等于入射电子的能量。试样中产生背散射电子的深度范围在 0.1～1μm 左右。背散射电子的产额 η 随原子序数 Z 的增加而增加，图 6-2 是背散射电子产额与试样原子

序数的对应关系。可以看出，在原子序数低于40左右时，产额 η 与原子序数 Z 呈线性关系，用背散射电子作为成像信号不仅能分析形貌特征，也可用来显示原子序数衬度。

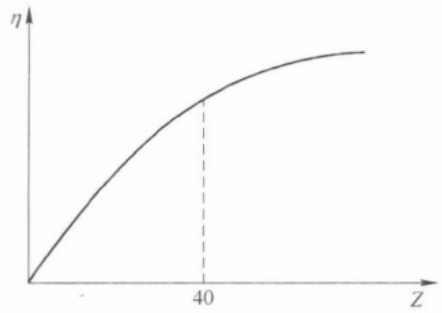


图6-2 背散射电子的产额 η 与原子序数 Z 的关系

6.1.2 二次电子

二次电子是被入射电子激发出来的试样原子的外层电子。当原子的核外电子被入射电子撞击获得了大于结合能的能量后，可从样品表面逸出到真空中，成为二次电子。由于原子核和外层价电子间的结合能很小，二次电子的能量一般为50eV左右，这种能量特征使得二次电子只能来自距试样表面5～20nm的区域。二次电子产额随原子序数的变化不明显，而对试样表面形态非常敏感，能有效地显示试样表面的微观形貌。

6.1.3 吸收电子

入射电子进入样品后，经多次非弹性散射，能量损失殆尽被样品吸收。若在样品和地之间接入一个高灵敏度的电流表，就可以测得样品这类电子的对地信号，这个信号称为吸收电流。入射电子束与试样发生作用，当不产生透射电子时，背散射电子或二次电子数量任一项增加，将会引起吸收电子相应减少，若把吸收电子信号作为调制图像信号成像，则可以得到与二次电子像和背散射电子像相反的衬度。

如果试样中有多种元素，由于二次电子产额不受原子序数影响，则产生背散射电子较多的部位其吸收电子的数量就较少。因此，吸收电流像可以形成原子序数衬度。

6.1.4 特征X射线

特征X射线是原子的内层电子受到激发以后，在能级跃迁过程中直接释放的具有特征能量和波长的电磁波辐射。

入射电子与核外电子作用，可使内层电子脱离原子，较外层的电子会迅速填补内层电子空位，释放出特定能量。例如：在高能入射电子作用下元素的K层电子

逸出，原子就处于K激发态，具有能量E_K。当一个L_2层电子填补K层空位后，原子体系由K激发态变成L_2激发态，能量从E_K降为E_{L2}，这时的能量增量$\Delta E = (E_K - E_{L2})$，若这一能量以X射线形式放出，就是该元素的K辐射X射线，此时射线的波长为：

$$\lambda_{k\alpha} = \frac{hc}{E_K - E_{L2}} \tag{6-1}$$

式中，h为普朗克常数；c为光速。对于每一元素，E_K都有确定的特征值，所以发射的X射线波长也是特征的，这种X射线称为特征X射线。

特征X射线的波长和原子序数之间服从莫塞莱定律：

$$\lambda = \frac{K}{(Z-\sigma)^2} \tag{6-2}$$

式中，Z为原子序数；K、σ为常数。可以看出，原子序数和特征能量、射线波长之间有确定的对应关系，利用这一对应关系可以进行元素分析。表6-1是常见金属元素特征X射线的能量和对应波长。

表6-1 常见元素特征X射线的能量与波长

元 素	$E_{k\alpha_1}$/keV	$\lambda_{k\alpha_1}$/nm	元 素	$E_{k\alpha_1}$/keV	$\lambda_{k\alpha_1}$/nm
Be	0.109	11.400	Al	1.487	0.8339
B	0.183	6.760	Ti	4.511	0.2749
C	0.227	4.470	Mn	5.899	0.2102
O	0.525	2.362	Fe	6.404	0.1936

6.1.5 俄歇电子

如果原子内层电子在能级跃迁过程中释放出来的能量ΔE不以X射线的形式释放，而是将核内层的另一电子激发出试样，这类电子叫做俄歇电子，称这一过程为俄歇效应。显然，一个原子中至少要有3个以上的电子才能产生俄歇效应，铍是能产生俄歇效应的最轻元素。由于每一种原子都有特定的壳层能量，所以俄歇电子能量特征值必定与元素相对应，其能量一般在50～1500eV范围之内。这种能量特征使得只有试样表面层产生的俄歇电子才能逃逸出来，因而可用于试样表面的元素分析。

除了上述5种信号外，固体样品中还会产生阴极荧光、电子束感生电动势等信号，这些信号经过调制后也可以用于试样分析。

6.2 扫描电镜的一般结构与工作原理

扫描电子显微镜（Scanning Electron Microscope）可以分为成像、真空和电器三个部分。真空部分的作用是提供高的真空度，以保证电子自由程和防止样品污染。一般情

况下扫描电子显微镜的真空度保持在 $10^{-2} \sim 10^{-3}$Pa。电源部分提供扫描电子显微镜的高压、稳压与稳流、操作、安全保护等电路系统。本章学习的主要内容是成像部分，由电子光学系统、信号检测系统和显示记录系统组成，图 6-3 是扫描电子显微镜这三个系统的结构原理框图。

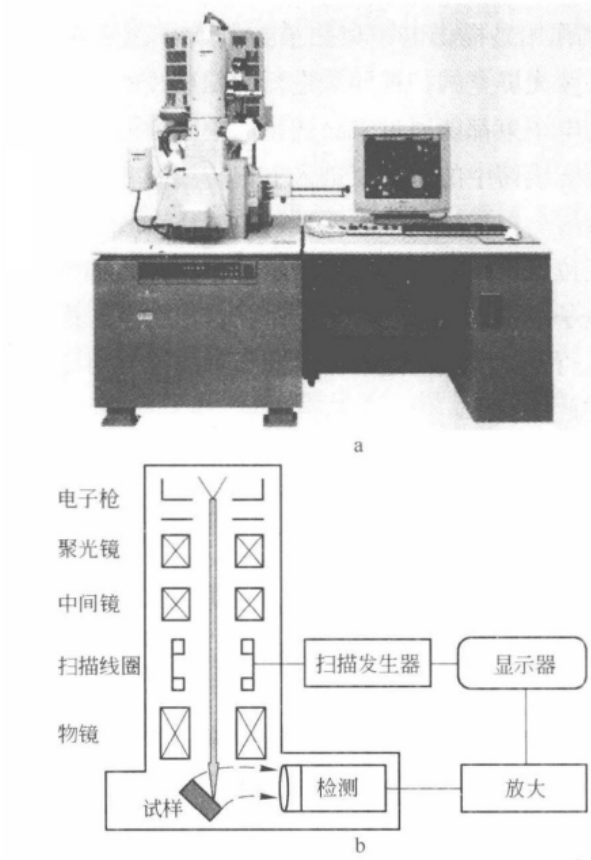


图 6-3 扫描电子显微镜

a—S-4800SEM；b—SEM 成像的结构原理框图

6.2.1 电子光学系统

电子光学系统由电子枪、电磁透镜、扫描线圈和样品室等部件组成。其作用是用来获得扫描电子束，激发样品的各种信号。为获得较高的信号强度和图像分辨率，扫描电子束应具有较高的亮度和尽可能小的束斑直径。

（1）电子枪。作用是发射电子，并通过阴极与阳极灯丝间的高压和电场，形成高能量聚焦电子束。扫描电子显微镜电子枪与透射电子显微镜的电子枪相似，只是加速电压比透射电子显微镜的低。

（2）电磁透镜。作用是把电子枪的束斑逐渐聚焦缩小，使原来直径约 50μm 的电子枪束斑缩小成一个只有几个纳米的细小束斑。扫描电子显微镜一般用 3 个电磁透镜聚细

电子束。靠近电子枪的两个电磁透镜是强透镜，用来缩小电子束斑尺寸。第三个电磁透镜是弱透镜，具有较长的焦距，为扫描电镜提供较大的试样空间，第三透镜下方放置试样。

尽管3个电磁透镜的作用都是缩小电子束斑尺寸，仍然按照一般惯例，分别把它们称为聚光镜、中间镜和物镜。

（3）扫描线圈。其作用是提供电子束扫描控制信号，使入射电子束在样品表面的扫描和显示器电子束在荧光屏上的扫描同步进行。扫描线圈是扫描电子显微镜的重要部件，为保证方向不同的电子束都能通过末级透镜的中心投射到样品表面，扫描电子显微镜采用双偏转扫描线圈。镜筒中的电子束进入上偏转线圈时，方向发生偏转，随后下偏转线圈使它发生反向偏转。扫描过程中，偏转的角度逐次改变，电子束在试样上逐点扫描，扫过一行后，改变位置进行下一行扫描，这种扫描方式称为光栅式扫描。在上、下偏转线圈的作用下，电子束在试样上扫描出一个长方形区域，由于镜筒中电子束和显示器电子束的扫描同步进行，试样上的这一区域同显示屏逐点对应，荧光屏上形成一帧同试样扫描面积成比例的放大图像。

如果电子束经上偏转线圈转折后未经下偏转线圈改变方向，而直接由末级透镜折射到入射点位置，这种扫描方式称为角光栅扫描或摇摆扫描，一般用于电子通道花样观察。

（4）样品室。扫描电子显微镜的样品室空间较大，一般可放置20mm × 10mm的块状样品。为观察断口实物等大尺寸试样，近年来还开发了可放置尺寸在125mm的大样品台。观察时，样品台可根据需要沿 x、y 及 z 三个方向平移、在水平面内旋转或沿水平轴倾斜，称为五轴联动。

样品室内除放置样品外，还装有各种信号检测器，如二次电子检测器、背散射电子检测器、能谱检测器等。新型扫描电子显微镜的样品室内还装配有多种附件，可使试样在样品台上进行加热、冷却、拉伸等试验，用于研究材料的形貌、组织变化的动态过程。

6.2.2 信号检测和成像系统

信号检测和成像系统包括各种信号检测器、前置放大器和显示装置，其作用是检测样品在入射电子作用下产生的信号，经视频放大后调制显示器的成像系统，在荧光屏上得到反映样品表面、元素特征的扫描图像。其工作过程见图6-4。

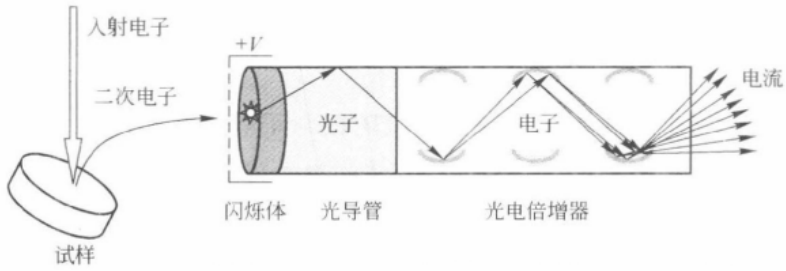


图6-4 扫描电镜信号检测系统示意图

二次电子、背散射电子一般用闪烁计数器进行检测，闪烁计数器由闪烁体、光导管和光电倍增器组成。信号电子撞击闪烁体产生出光子，光导管通过全反射将光子传送到光电倍增器，转换成电子同时进行多级放大，输出电流信号，放大后调制显示器。闪烁体处罩有金属网，施加几百伏的正向电压 V，吸引二次电子成二次电子像；电压反向则排斥二次电子，只接收背散射电子成背散射电子像。

由于镜筒中的电子束和显示器中的电子束同步扫描，荧光屏上像点的亮度被试样上激发出来的信号调制，而信号强度随样品表面形态、元素不同而变化，从而荧光屏上形成一幅反映试样表面、元素特征的图像。

6.3 扫描电子显微镜的工作原理与主要性能

扫描电子显微镜的工作原理可以根据图 6-5 的示意图加以说明。由电子枪发射出来的电子束，经过电磁透镜汇聚成细聚焦电子束轰击样品表面，激发出二次电子、背散射电子、X 射线等信号，信号被相应的接收器接收，经放大后送到显像管的栅极（或阴极）上，调制显像管的亮度。扫描线圈使电子束在样品表面上的扫描和显示器电子束的扫描同步进行，使试样上电子束激发点的信号，与荧光屏上的像点逐点对应，采用这种逐点成像的方法，把样品表面不同的特征，成比例地转换为视频信号，在荧光屏上观察到样品表面的各种特征图像。

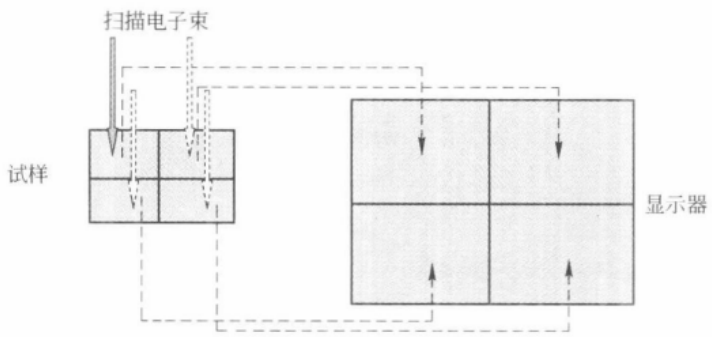


图 6-5 扫描电镜的工作原理示意图

扫描电子显微镜的主要性能有以下几项。

（1）放大倍数。当入射电子束作光栅扫描时，电子束在样品表面扫描的幅度为 A_s，荧光屏长度也就是显示器电子束同步扫描的幅度为 A_c，则扫描电子显微镜的放大倍数为：

$$M = \frac{A_c}{A_s} \tag{6-3}$$

由于显示器荧光屏尺寸是固定不变的，因此，改变电子束在试样表面的扫描幅度 A_s 可以改变放大倍率。降低扫描线圈的电流，电子束在试样上的扫描幅度减小，放大倍数提

高；反之，放大倍数降低。可见扫描电子显微镜改变放大倍数是十分方便的。目前扫描电子显微镜的放大倍数，可以从20倍~20万倍区间连续调节，实现由低倍到高倍的连续观察，这对断口分析等工作非常有利。

（2）分辨率。分辨率是扫描图像中可以分辨的两点之间的最小距离，是扫描电子显微镜的核心性能指标。分辨率高低主要取决于电子束直径和调制信号的类型。由扫描电镜的成像原理知道，电子束激发出信号的区域与荧光屏上的像点逐一对应，所以入射电子束直径愈小，分辨率愈高。但分辨率并不直接等于电子束直径，因为入射电子在试样内激发信号，其有效激发范围超过入射束的直径，不同的信号有不同的直径，导致分辨率不同。这一特征可用图6-6说明。二次电子因其本身能量较低致使平均自由程很短，只有在样品浅层表面的二次电子从试样内逸出。入射电子束进入浅层表面时，尚未向横向扩展开来，可以认为在样品上方检测到的二次电子主要来自于直径与扫描束斑相当的圆柱体内。因为束斑直径就是一个成像单元，所以二次电子的分辨率就相当于电子束斑的直径。扫描电子显微镜的分辨率通常就是指二次电子像的分辨率，一般为5~10nm，高性能扫描电镜的分辨率已经可以达到1nm左右。

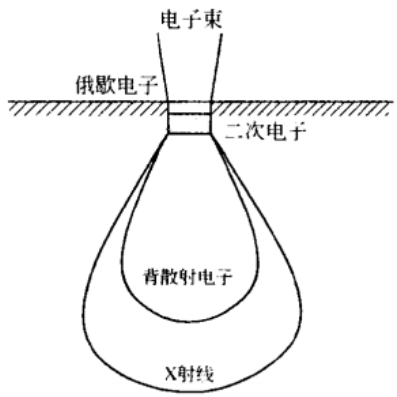


图6-6 各种信号的发生深度

入射电子进入样品较深部位时，已经有了相当宽度的横向扩展，从这个范围中激发出来的背散射电子能量较高，它们可以从样品的较深部位处逸出表面，横向扩展后的作用体积大小就是背散射电子的成像单元，所以，背散射电子像分辨率要比二次电子像低，一般为50~200nm。X射线也可以用来调制成像，但其深度和广度都显著大于背散射电子，如图6-6所示。可见，X射线图像的分辨率低于二次电子像和背散射电子像。

扫描电子显微镜的分辨率除受电子束直径和调制信号的类型影响外，还受样品原子序数、信噪比、杂散磁场、机械振动等因素影响。样品原子序数愈大，电子束进入样品表面的横向扩展愈大，分辨率愈低。噪声干扰造成图像模糊；磁场的存在改变了二次电子运动轨迹，降低图像质量；机械振动引起电子束斑漂移。这些因素的影响都使图像分

辨率降低。

（3）景深。景深是指透镜对试样表面高低不平的各部位能同时清晰成像的距离范围，可以理解为试样上最近清晰像点到最远清晰像点之间的距离。扫描电子显微镜的景深如图 6-7 所示，扫描电镜中电子束最小截面圆（P 点）经过透镜聚焦后成像于 A 处，试样就放在 A 点所在的像平面内。景深则是指试样沿透镜主轴在 A 点前后移动而仍可保持清晰的一段最大距离。设 1 点和 2 点是在保持图像清晰的前提下，试样表面移动的两个极限位置，则两者之间的距离 D_s 就是景深。实际上在像平面处，电子束在 1 点和 2 点处得到的不是像点，而是以 ΔR_0 为半径的漫散圆斑。这一圆斑的半径就是电镜的分辨率（样品表面上两间距为 ΔR_0 的点能刚好为扫描电子显微镜分辨）。如果 1 点和 2 点再向扩大 D_s 方向移动，电子束漫散圆斑直径增大，超过分辨率 ΔR_0，图像模糊。由此可见，当样品表面高低不平（如断口试样）时，只要高低范围值小于 D_s，则在荧光屏上就能清晰地反映出样品表面的凹凸特征。由图 6-7 可得：

$$D_s = \frac{2\Delta R_0}{\tan\beta} \approx \frac{2\Delta R_0}{\beta} \tag{6-4}$$

式中，β 为电子束孔径半角。可见，电子束孔径角是控制扫描电子显微镜景深的主要因素，它取决于末级透镜的光阑直径和工作距离。由式 6-4 可知，电子束的孔径角 β 愈小，在维持分辨率 ΔR_0 不变的条件下，D_s 将变大。一般情况下，扫描电子显微镜末级透镜焦距较长，β 角很小（约 10rad），所以它的景深很大，比一般光学显微镜景深大 100～500 倍，这使扫描电子显微镜图像有较强的立体感。对于表面粗糙的断口试样来说，光学显微镜因景深小不能清晰成像，而扫描电子显微镜放大到 5000 倍时，D_s 可达数十微米，这是其他观察仪器无法比拟的优点。

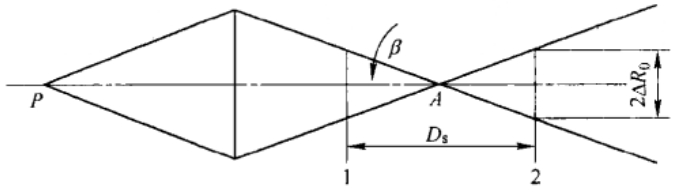


图 6-7 扫描电镜的景深示意图

6.4 扫描电镜图像基本衬度的原理及其应用

6.4.1 二次电子衬度原理及其应用

6.4.1.1 二次电子衬度原理

已经知道，二次电子的能量约 50eV，主要来自样品表层 5～10nm 范围，它的强度

与原子序数没有对应关系，而仅对微区刻面相对于入射电子束的位向十分敏感。图 6-8 给出了二次电子激发体积与电子束－试样表面法线夹角 θ 的关系。

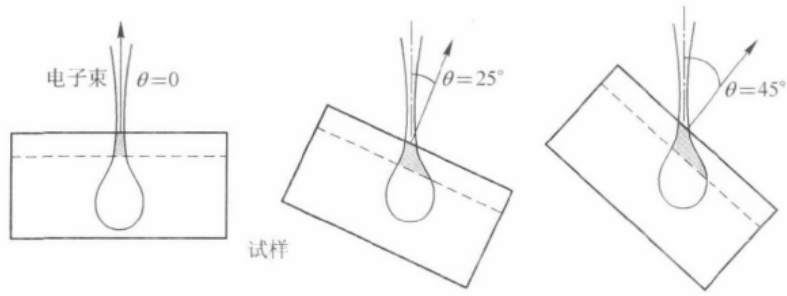


图 6-8 二次电子激发体积与 θ 角的关系

图 6-8 中虚线画出二次电子的激发深度，深色区域为二次电子激发体积。可以看出，由于二次电子的能量特性，当 θ 角增大时，试样可发射二次电子的激发体积增大，二次电子产额增加。反之，θ 角减小二次电子产额较少。扫描电子显微镜检测二次电子成像观察时，试样不动，电子束在试样上扫描，试样表面的凸凹起伏，使各点处的 θ 角不同，导致二次电子的产额不同，因此各点在对应的图像上形成不同的亮度，这就是二次电子衬度。图 6-9 是试样凸凹与二次电子发射体积对应关系的示意说明。在尖角和棱边处，二次电子产额高，在图像上形成亮区；在凹槽处，虽然二次电子同样被激发出来，但不能逃逸出试样，检测器接收不到，在图像上形成暗区。二次电子衬度是典型的形貌衬度。

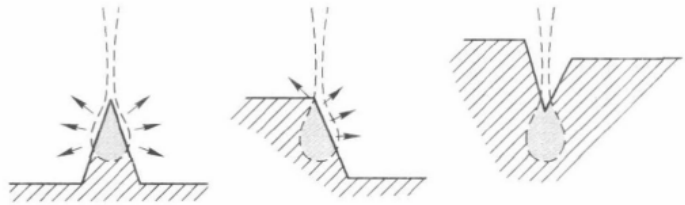


图 6-9 试样凸凹与二次电子发射体积的关系

6.4.1.2 二次电子衬度的应用

二次电子像在观察试样表面微区形貌中得到了广泛的应用。当前主要应用于断口、摩擦磨损表面以及各种材料微观表面形貌特征的观察。下面几个典型的二次电子像，可说明二次电子像的应用。

（1）断口形貌观察。金属材料断口按特征可分为解理、准解理、沿晶、凹窝和疲劳断口等五类。图 6-10 的二次电子像是相关断裂特征的典型图像。在实际观察中，多数断口呈几类特征同时存在的形态。熟练掌握典型断口的特征，是实际断口分析的基础。

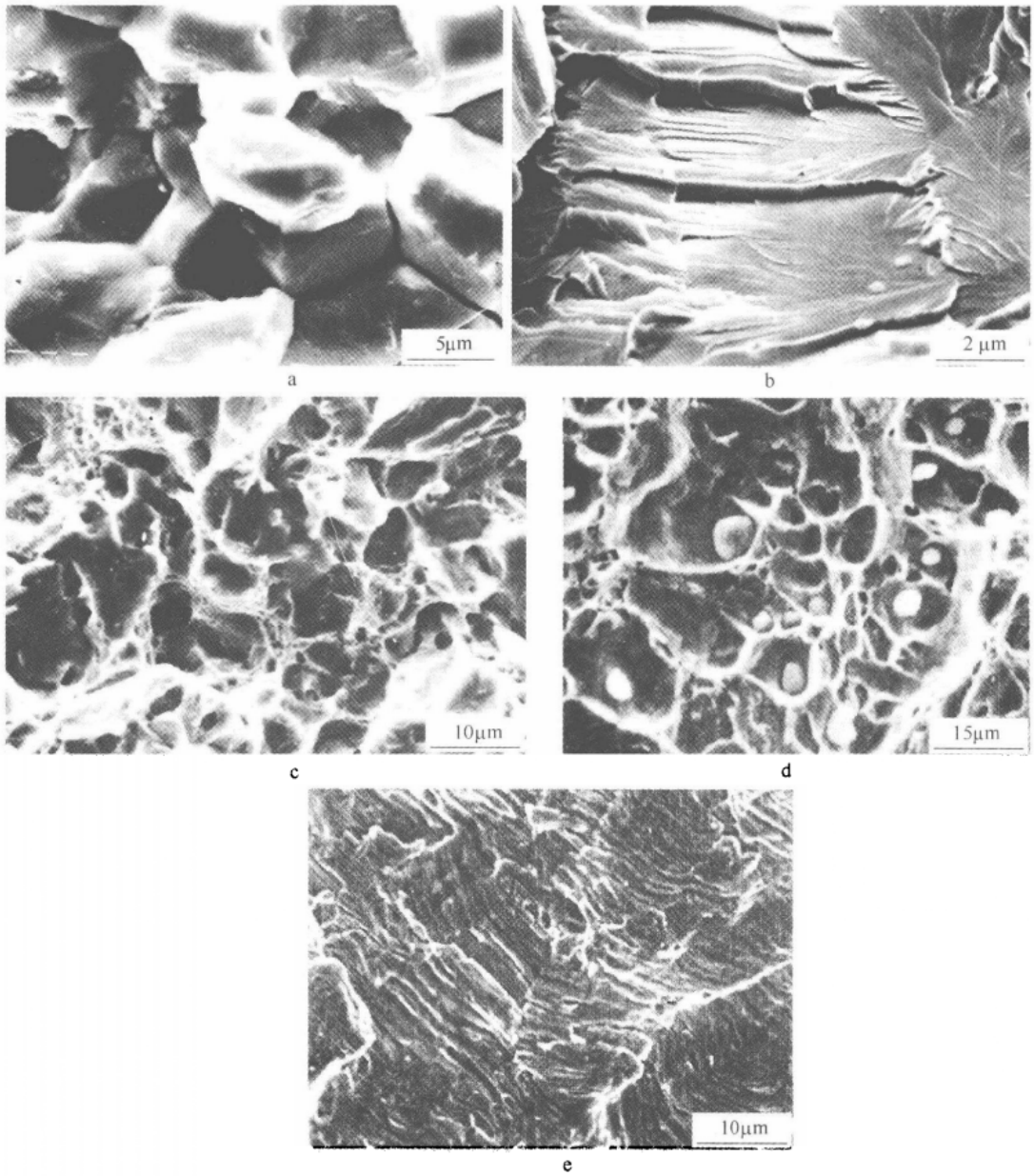


图 6-10 典型金属断口

a—沿晶断口（高强钢应力腐蚀断裂）；b—解理断口（铁素体钢低温断裂）；
c—准解理断口（高锰钢低温断裂）；d—凹窝断口（低碳钢室温拉伸断裂）；
e—疲劳断口（铝合金疲劳断裂）

（2）纳米结构材料形貌观察。随着扫描电镜分辨率的提高，应用扫描电镜研究纳米材料的工作越来越多。图 6-11 是纳米结构材料的形貌像。

6.4.2 背散射电子衬度原理及其应用

背散射电子衬度是由其产额差异形成的，产额与试样的原子序数相关，见图 6-2。背散射电子能量较高，离开样品表面后沿直线轨迹运动。通常把检测器吸引电压改为排

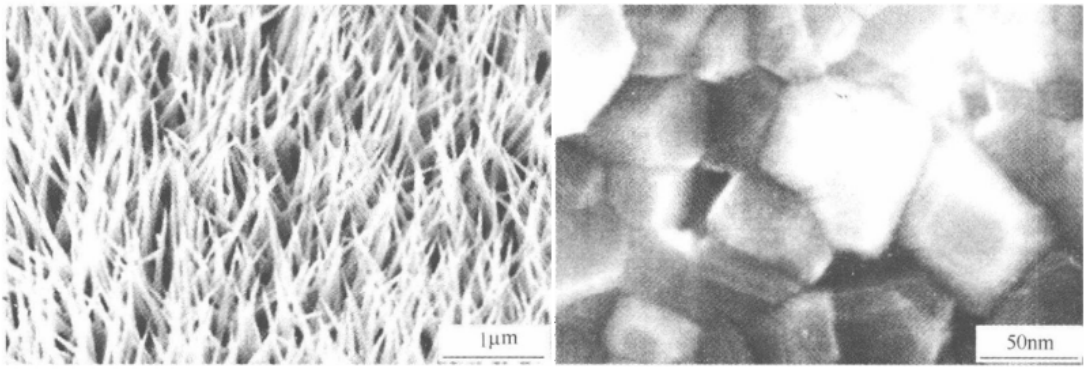


图 6-11 纳米材料 SEM 像

a—SnO_2 纳米线阵列；b—$LiMn_2O_4$ 纳米晶

斥电压，由 +200V 改变为 -50V，把二次电子排除到检测器之外，而背散射电子沿原来确定轨迹进入检测器，得到背散射电子像，见图 6-12。这样检测到的背散射电子强度远低于二次电子，因而粗糙表面的原子序数衬度往往被形貌衬度所掩盖。为此，近年来发展了 r 能量过滤器，得到了良好原子序衬度。滤掉了低位二次电子而把向各方散射的背散射电子集中转换为二次电子成像，见图 6-13。当电极为正时，阻挡背散射电子，成二

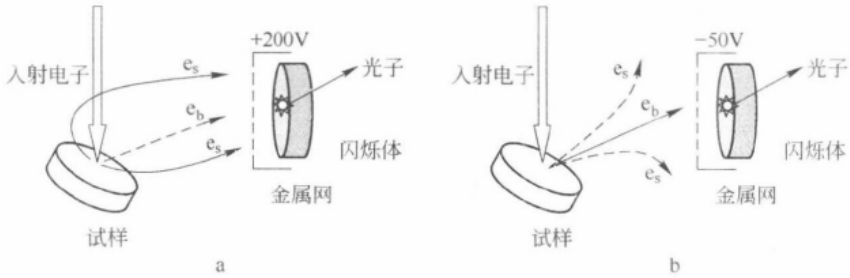


图 6-12 二次电子和背散射电子的成像操作

a—接收二次电子；b—接收背散射电子

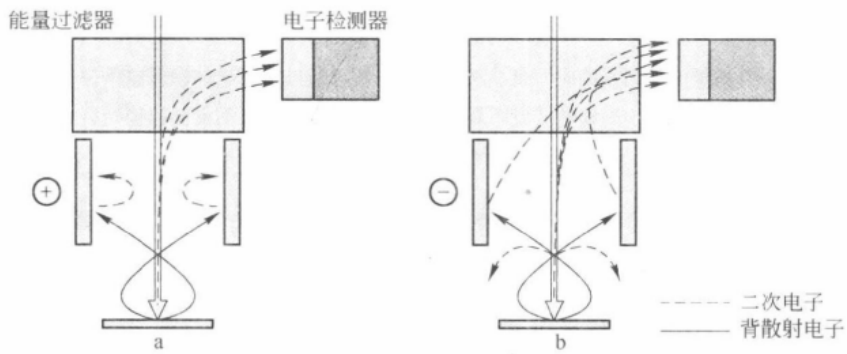
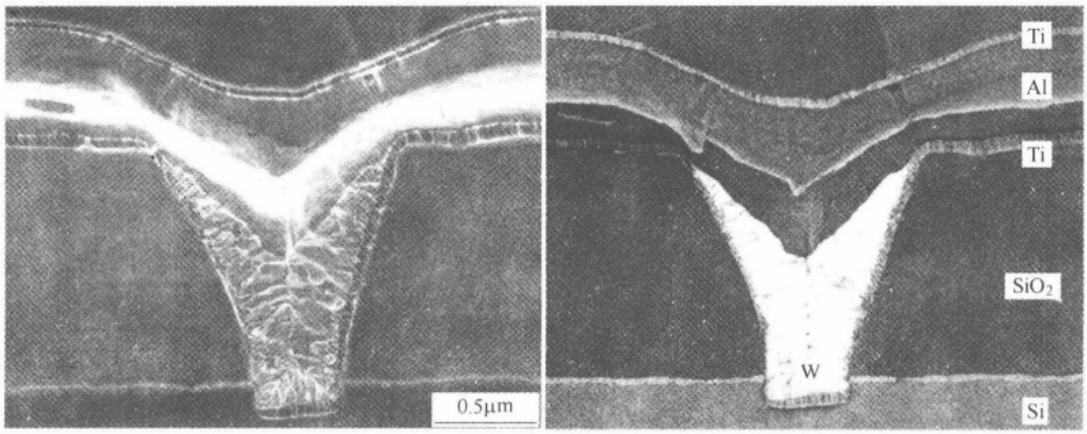


图 6-13 r 能量过滤器

a—二次电子像；b—背散射电子像

次电子像；转换电极为负，挡掉低位二次电子，并且把背散射电子转换为二次电子进入检测器，成背散射电子像。

图 6-14 是微处理芯片同一视场的二次电子衬度像和背散射电子衬度像。背散射电子像经过能量过滤，试样中的 W、Ti、Si、Al 都能清楚显示，整幅图像显示出良好的原子序衬度。

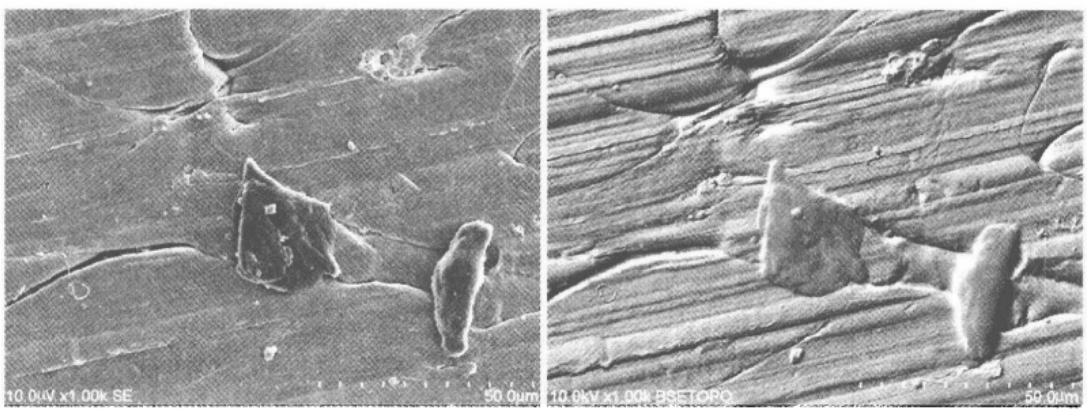


a b

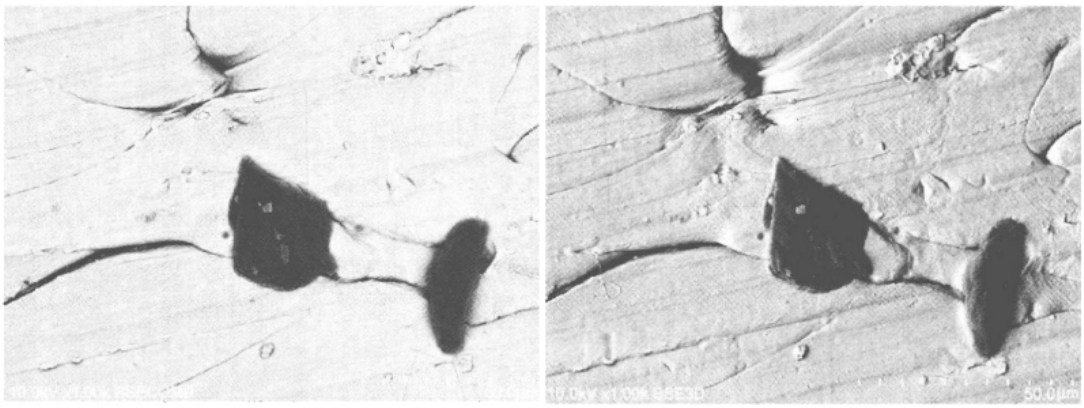
图 6-14 微处理器芯片横截面的扫描电镜图像

a—二次电子像；b—背散射电子像

有的扫描电镜在试样室中在围绕试样在不同的位置装入 5 块半导体检测器，通过各检测器的信号组合，可以得到多种信息图像，图 6-15 是电子器件上夹杂物的形貌像、成分像和 3D 像。



a b



c d

图 6-15 五分割背散射电子检测的图像

a—二次电子像；b—形貌像；c—成分像；d—3D 像

6.5 扫描电镜试样的基本要求与制备

扫描电子显微镜试样的制备方法简单，基本要求是导电、清洁、尺寸合适，表 6-2 是几种试样处理的一般方法。对金属等导电的块状样品，只需按照扫描电镜试样室的大小将它们切割成合适的尺寸，用导电胶将其粘贴在电镜的样品座上即可直接进行观察。对于塑料等非导电性样品，由于在电子束作用下会产生电荷堆积，影响入射电子束斑形状和样品二次电子的发射，这类样品在观察前，要进行喷镀导电层处理，通常在真空镀膜机中喷镀金膜或碳膜做导电层，膜厚应控制在 20nm 左右。

表 6-2 SEM 试样的一般处理方法

试 样	一般处理方法	备 注
普通试样	酒精清洗，吹干	尺寸符合电镜试样室要求，导电，清洁（下同）
油污试样	除油，水洗，酒精清洗，吹干	选用除油剂应避免损伤试样表面
锈蚀试样	除锈，超声波酒精清洗，吹干	选用除锈剂应避免损伤试样表面
粉末试样	在金属片上均匀涂一层导电涂料，把粉末均匀撒在涂料上	金属片要尺寸合适，清洁，无锈
细丝端面	把细丝在金属片上缠绕若干周，用树脂整体包埋，在细砂纸上磨出端面	试样包埋后要尺寸合适，观察面上喷镀导电层
镀层试样	树脂包埋，磨制镀层的金相试样	试样包埋后要尺寸合适，观察面上喷镀导电层

思 考 题

6-1 电子束和固体样品作用能产生哪些主要信号？各具有什么特点？

6-2 同透射电镜相比，扫描电子显微镜有哪些特点？

6-3 为什么扫描电镜的分辨率和信号的种类有关？

6-4 怎样调节扫描电镜放大倍数？

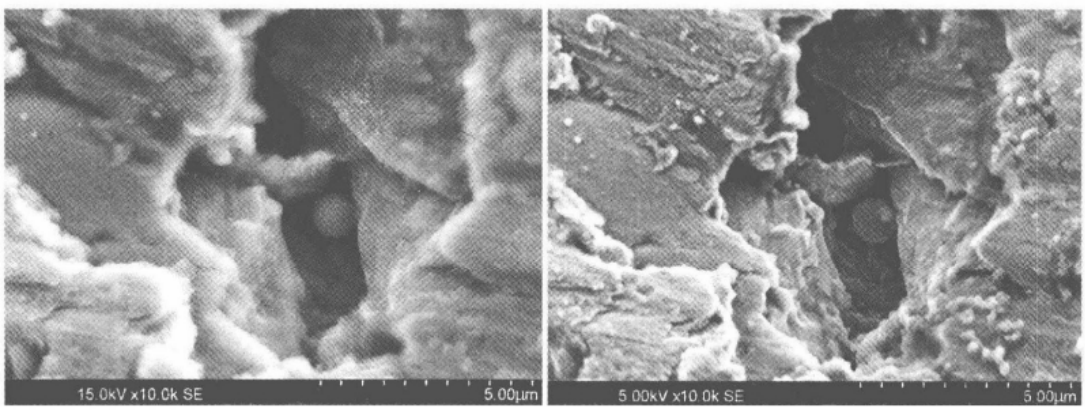
6-5 二次电子和背散射电子的成像各有哪些特点？

扩充学习——扫描电镜功能的新进展

当前，扫描电子显微镜有较大的发展，主要有低电压扫描电子显微镜、着陆电压技术、低真空扫描电镜（含环境扫描电镜）等多种。这里主要介绍同金属材料相关的内容。

1. 低电压扫描电子显微镜

一般的扫描电镜的加速电压为 20～50kV，加速电压低于 5 kV 的扫描电子显微镜称为低电压扫描电子显微镜，它的主要特点是：能减小试样荷电效应，改善图像质量，可观察到试样表面的更多细节，同时减轻电子束辐照对样品的损伤。图 1 是同一金属断口不同加速电压下的扫描电子像。可以看出在低加速电压下，断口显示出更多的细节。图 2 是人造多孔纤维的二次电子像，在高加速电压下，纤维受到电子束损伤（箭头所示）。



a　　b

图 1　金属断口的二次电子像

a—加速电压 15kV；b—加速电压 5kV

随着场发射电子枪的应用，通过提高电子枪发射电流密度，即使在很低的工作电压（例如 1kV）条件下，仍能保证有足够大的电子束流。由此，可能应用二次电子发射的

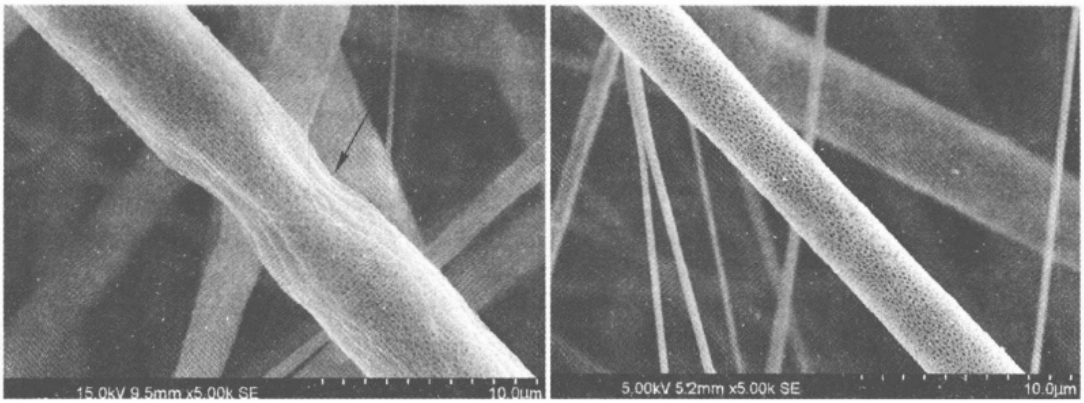


图2 人造多孔纤维的二次电子像

a—加速电压15kV；b—加速电压5kV

数量效应来开拓新的应用领域，例如：进行金属和合金显微组织中（微米的数量级）的氧化动力学研究，对多相陶瓷的显微组织进行物相鉴定等。

2. 电子束减速技术

电子束减速技术是指扫描电镜中，在高加速电压作用下的电子在到达试样表面之前，在电子束路径上加入可调减速场，使电子的速度降低，能量下降，减少电子对试样的损伤和在试样内的扩散激发效应。这一技术不但有效地保护了易受电子束损伤的试样，还使电镜的分辨率提高了30%。图3是电子束减速原理图。

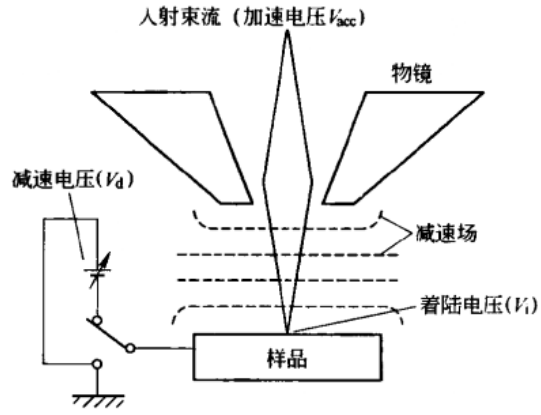
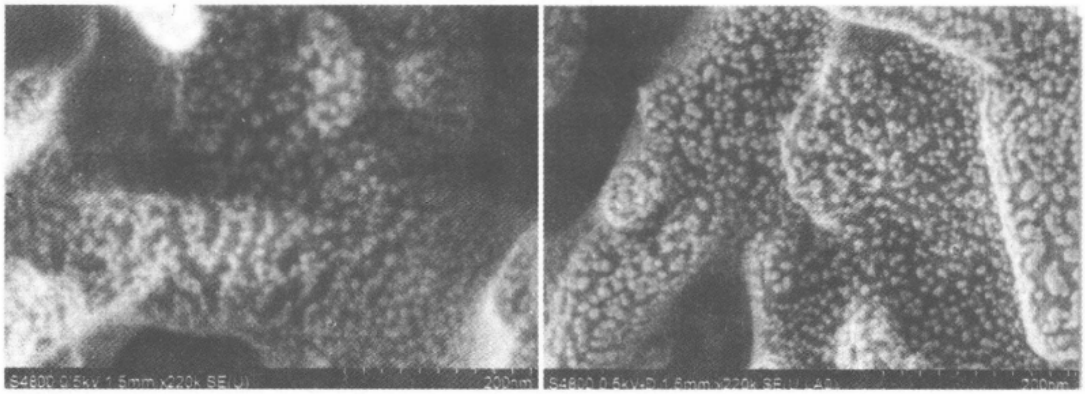


图3 电子束减速原理图

从图3中可以看到，在试样和物镜之间，加入一个可调电场，就是把传统的试样接地改为试样接入高电位，称为着路电压，这使得试样和物镜之间产生一个可调电场，入射电子进入电场受电场力的作用被迫减速，从而达到保护试样和提高分辨率的目的。图

4 是磁带上蒸镀的金颗粒的二次电子像。



a b

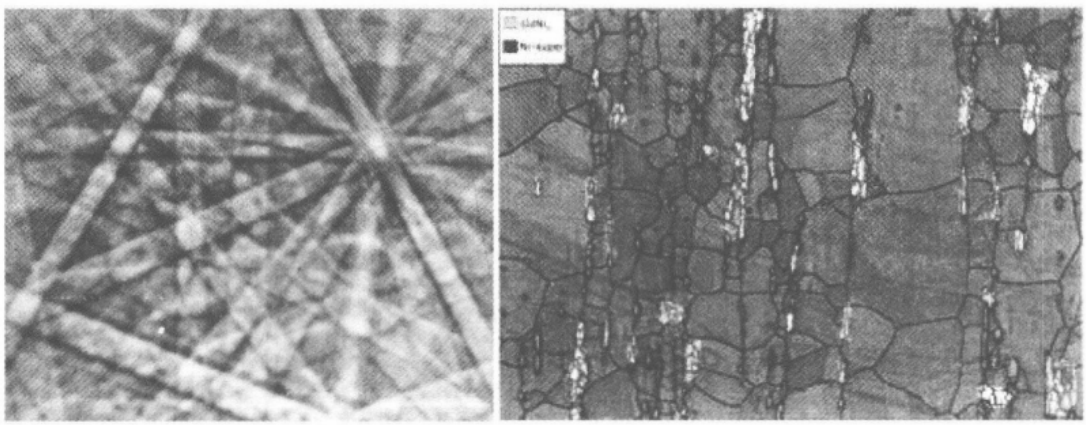
图 4 不同着陆电压下金颗粒的二次电子像

a—着陆电压 0V；b—着陆电压 500V

图 4a 是金颗粒的二次电子形貌像，图 4b 是同一试样的不同视场，着陆电压 500V，两者的放大倍数相同，图 4b 的清晰程度明显提高。

3. 背散射电子衍射

背散射电子衍射成像通常称为 EBSD（Electron Backscattered Diffraction），它是在扫描电镜中，检测发生衍射的背散射电子用于成像。其基本原理是，扫描电镜的电子束在试样表面激发出的背散射电子，符合布拉格条件发生衍射形成背散射菊池线。在试样室中的试样附近，装入 CCD 相机，接收背散射电子衍射花样（菊池线），通过专用软件进行花样标定，并按照位向进行成像。由于菊池线对位向敏感，用这些信号成像时，可以精确地给出晶粒的位向关系，结合能谱仪还可以进行物相鉴定。图 5 是 EBSD 的典型图像。



a b

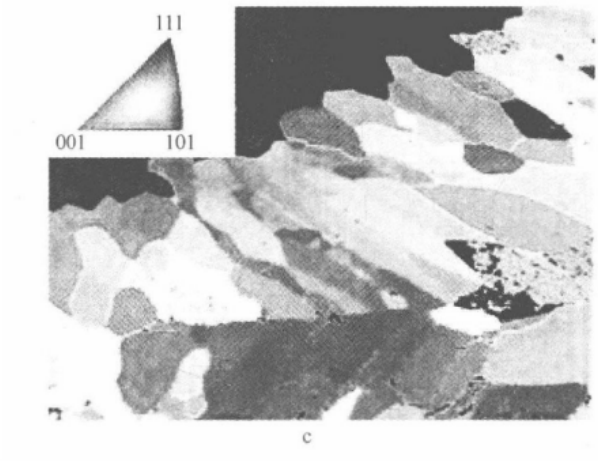


图5 EBSD图像

a—背散射菊池线；b—物相图（原图彩色），白色区域GdNi5，灰色区域Ni；c—焊接金属的位向图，同一颜色的晶粒位向相同，位向如反极图所示（原图彩色）

当前，性能优异的EBSD，其空间分辨率和角度分辨率已经达到0.1μm和0.5°。可以进行显微织构、物相、晶体位向及界面分析，在金属、陶瓷、半导体、超导体、矿石等各领域中有广泛应用，进行变形、腐蚀、断裂和焊接等相关学术研究。

4. 低真空扫描电镜（环境扫描电镜）

低真空扫描电镜是指工作时其样品室处于低真空状态，气压在3kPa左右。用扫描电镜观察非导体的表面形貌，其表面上需要喷镀导电层；对于一些生物等含有水气的试样，需将试样首先进行干燥处理后再喷镀导电层。这些处理对扫描电镜的观察带来影响。低真空扫描电镜主要用于解决这类问题。低真空状态时，试样室存在较多的气体离子。非导体和生物试样可以直接放入试样室进行观察。样品上的电子被样品室内的残余气体离子中和，试样表面保持着堆积电子和气体离子的动态平衡，即使样品不导电也不会出现充电现象。生物试样中的水分子蒸发缓慢，不会影响电镜的正常工作。适用于对不经表面处理的生物、化学等含水样品、塑料、陶瓷、玻璃等非导体样品进行观察与分析。图6是小鼠小肠试样不经脱水和喷涂导电层的二次电子像。

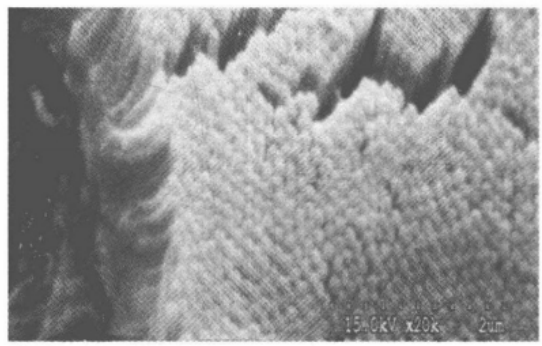


图6 小鼠小肠绒毛的上皮细胞（未喷金）

7　电子探针 X 射线显微分析

电子探针由扫描电镜、能谱仪和波谱仪组合构成，检测特征 X 射线信号对试样进行点、线、面的微区元素分析。主要学习内容：波谱仪工作原理；能谱仪工作原理；元素的点分析、线扫描及面分布；ZAF 修正。

电子探针 X 射线显微分析（电子探针：EPMA——Electron Probe Microanalysis ）是指用电子束激发特征 X 射线进行微区的元素分析，是研究材料成分微区分布的有效分析方法。电子探针由扫描电镜、能谱仪和波谱仪组成，镜筒部分的结构与扫描电子显微镜相同，信号检测部分使用 X 射线谱仪，用来检测特征 X 射线进行元素分析。当前常用的 X 射线谱仪有两种：一种是波长色散谱仪（波谱仪：WDS——Wavelength Dispersive Spectrometer ），按照特征 X 射线的波长实现元素检测；另一种能量色散谱仪（能谱仪：EDS——Energy Dispersive Spectrometer ），按照特征 X 射线的能量检测元素。

7.1　电子探针的一般结构

电子探针的一般结构如图 7-1 所示，其电子枪、磁透镜和电子检测 - 成像部分与扫描电镜相同，可以对试样的表面形貌进行由低倍到高倍的连续观察，便于确定微区成分分析的位置。在其试样室中加入 X 射线检测系统。

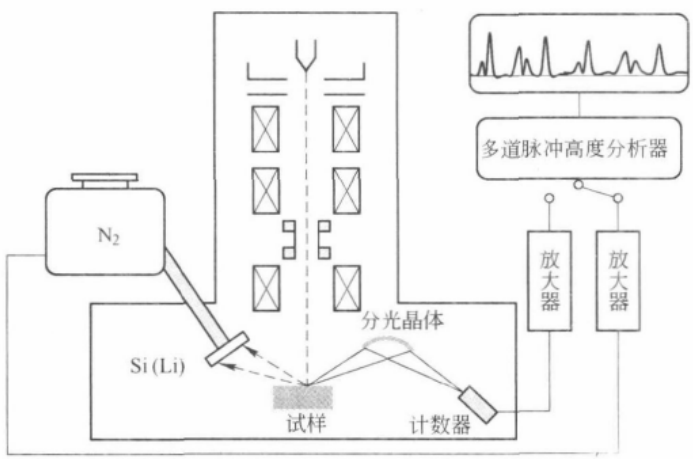


图 7-1　电子探针仪的结构示意图

电子探针的X射线检测系统由波谱仪和能谱仪组成。波谱仪用分光晶体（面间距 d），把波长满足布拉格公式（$2d\sin\theta=\lambda$）的X光接收到计数器中；能谱仪用锂漂移硅（Si(Li)）半导体按照能量接收X射线光子。计数器或Si(Li)半导体给出的电脉冲经前级放大、主放大，由多道脉冲高度分析器处理后，给出相应的谱线和图像。

7.2 波谱仪工作原理

7.2.1 波谱仪的检测结构

波谱仪的检测系统由分光晶体、X射线探测器和相应的机械装置构成。分光晶体是用来对X射线起色散（分光）作用的晶体，具有良好的衍射性能。当X射线入射到分光晶体上，符合布拉格条件时发生衍射，在特定的布拉格角方向上，可以接收到特定波长的X光。图7-2是分光晶体接收X光的示意图。

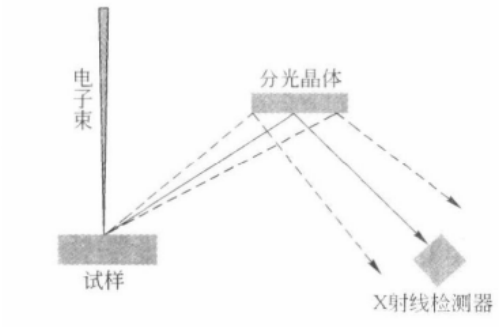


图7-2 分光晶体的工作原理

为了提高X光的接收效率，通常把分光晶体弯曲和磨削边角，这样处理后，在较大立体角范围内的X光都能被检测到，送入下一级X射线探测器中，产生电脉冲信号。试样、分光晶体和X射线检测器处于同一圆周上，称这个圆为聚焦圆，见图7-3。

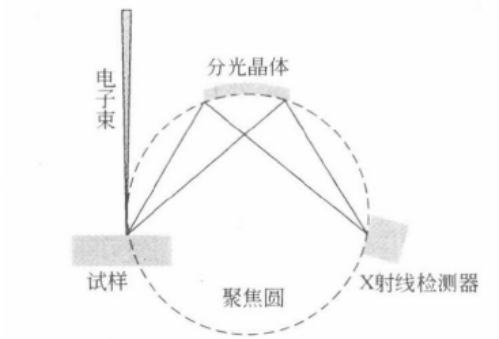


图7-3 分光晶体的聚焦

每一种晶体的衍射晶面是固定的，因此它只能接收一段波长范围内的 X 射线，仅适用于一定原子序数范围的元素分析。各种晶体能接收的 X 射线波长范围，取决于衍射晶面间距 d 和布拉格角的可变范围。要检测全元素，一台波谱仪中需要配备多块分光晶体。目前，电子探针仪能分析的元素范围是原子序数为 4 的铍（Be）到原子序数为 92 的铀（U）。表 7-1 列出了波谱仪常用分光晶体的基本参数和可检测元素范围。电子探针仪通常配有 2～5 道谱仪，同一道谱仪装有两块可以交换使用的晶体。

表 7-1 波谱仪常用的分光晶体基本参数和可检测范围

分光晶体	衍射晶面	面间距/nm	检测波长/nm
LiF	(200)	0.2013	0.089～0.38
SiO_2	$(10\bar{1}1)$	0.33431	0.11～0.63
PET	(002)	0.4370	0.14～0.83
RAP	(001)	1.3061	0.2～1.83
KAP	$(10\bar{1}0)$	1.3316	0.45～2.54
TAP	$(10\bar{1}0)$	1.2950	0.61～1.83
硬质酸铅	—	5.040	1.7～9.4

7.2.2 波谱仪的 X 光检测

在电子探针中，一般点光源 S（电子束激发试样的位置）不动，分光晶体和探测器在固定的位置，只能检测到一个特定波长的 X 射线，即分析一种元素。为了用一块分光晶体检测到试样中的多种元素，必须改变布拉格角，即改变晶体和探测器的位置。根据晶体及探测器改变方式，可将谱仪分为回转式波谱仪和直进式波谱仪两种。图 7-4a 是回转式波谱仪工作原理示意图。聚焦圆的中心 O 固定，分光晶体和检测器在圆周上以 1∶2 的角速度运动以满足布拉格条件。这种谱仪结构简单，但由于分光晶体转动而使 X 射线出射方向变化很大，如果样品表面不平度较大，X 射线在样品内行进的路线不同，会给分析带来较大误差。

直进式谱仪如图 7-4b 所示，这种谱仪的特点是分光晶体从点光源 S 向外沿着一条直线运动，X 射线出射角不变，晶体通过自转改变 θ 角（聚焦圆的中心 O 在以 S 为中心、R 为半径的聚焦圆上运动）。这种谱仪结构复杂，但 X 射线照射晶体的方向固定，使 X 射线逸出样品表面时在同一方向接收，可有效提高检测精度。

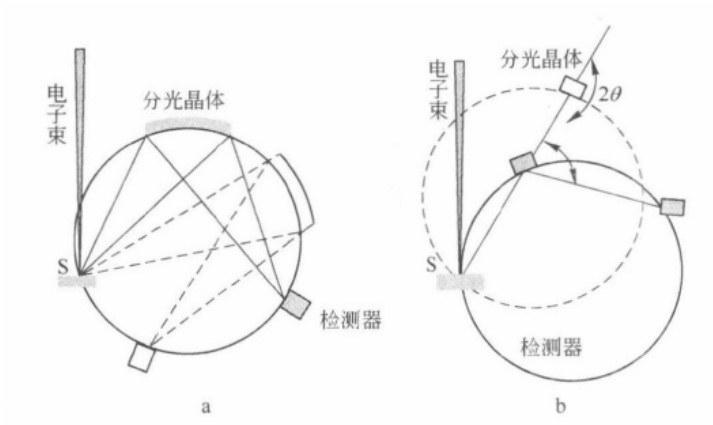


图 7-4 波谱仪工作原理示意图

a—回旋式检测；b—直进式检测

7.3 能谱仪的工作原理

7.3.1 能谱仪的检测结构

能谱仪使用锂漂移硅（Si(Li)）探测器检测 X 射线光子，其结构如图 7-5 所示。Si(Li) 是厚度为 3～5mm、直径为 3～10mm 的 p 型半导体，是在严格的工艺条件下在 Si 中漂移进 Li 原子制成的。其表层镀有 20nm 厚的金膜。镀金的 p 型 Si 接高压负端，n 型 Si 接高压正端并和前置放大器的场效应管相连接。Si(Li) 前方有一个厚度为 7～8μm 的铍窗，可以阻挡背散射电子避免探头受到损伤。

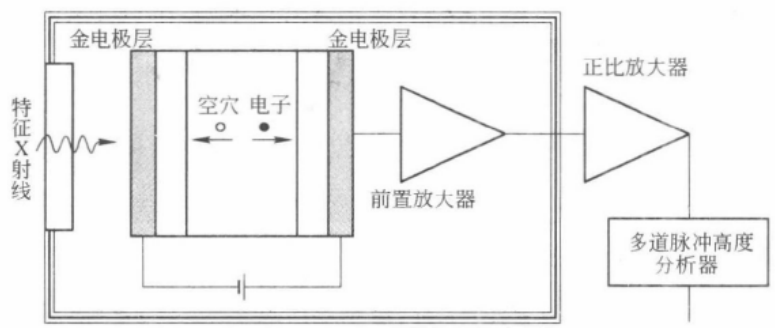


图 7-5 锂漂移硅（Si(Li)）探测器的结构

Si(Li) 探测器处于真空系统内。Li 原子在室温很容易从 Si 中反向漂移，因此探头必须一直保持在液氮温度，整个探头装在与存有液氮的杜瓦瓶相连的冷指上。低温环境还可降低前置放大器的噪声，有利于提高探测器的峰/背比。

7.3.2 能谱仪的 X 光检测

Si(Li) 半导体能把 X 光的能量转换为电荷，并且保持很好的线性关系，这是这种探测器的核心性质。由试样出射的具有不同能量的 X 光子相继透过铍窗入射到 Si(Li) 内，激发出电子 - 空穴对。每产生一对电子 - 空穴对，要消耗掉 X 光子约 3.8eV 的能量。因此每一个能量为 E 的入射光子产生的电子 - 空穴对的数目 $N = E/3.8$，加在 Si(Li) 上的偏压将一个 X 光子激发出的所有电子收集起来，形成一个电荷脉冲，脉冲高度正比于入射的 X 光子能量 E。

7.4 多道脉冲高度分析器

波谱仪使用正比计数器和闪烁计数器接收 X 光，每接受一个 X 光子会输出一个电脉冲信号，脉冲高度同 X 射线波长成反比；能谱仪使用 Si(Li) 半导体检测 X 光子，给出的电脉冲与 X 射线能量成正比。检测器给出电脉冲后，两种谱仪的处理过程完全一致，都是经前置放大器和主放大器放大后进入多道脉冲高度分析器。

多道脉冲高度分析器首先按照时间顺序对脉冲高度甄别（图 7-6a），把同一高度的脉冲存储到确定的存储单元中。存储单元即存储器中的通道或道址。一台脉冲高度分析器一般有 2048 个道址，道址的分配按照脉冲高度由低到高进行。由于电脉冲的高度与 X 射线能量成正比，与原子序数对应，这样道址就与原子序数对应起来。存储单元每接收一个电脉冲，记数 +1，同一高度的脉冲由于系统误差会产生波动，由此形成正态分布的峰型，一个正态峰对应于一种元素（图 7-6b）。一般情况下，试样内含量多的元素被电子束激发出特征 X 射线光子的几率高，脉冲数多，反之脉冲数少，所以脉冲数的多少与试样内的元素含量是成比例的，元素含量不同，正态峰的高度不同。多道脉冲高度分析器给出由不同元素正态峰组成的谱线（图 7-6c），其横坐标是道址亦即元素，其纵坐标是脉冲数，亦即元素含量。由多道脉冲高度分析器存储起来的元素信息，还可以用其他方式显示，构成了电子探针的不同工作模式。

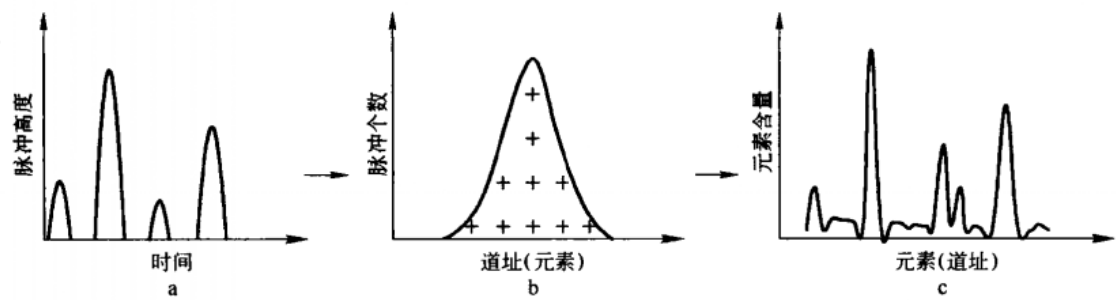


图 7-6 脉冲高度分析器工作原理示意图

7.5 电子探针的工作模式

7.5.1 元素点分析

点分析是对试样某一选定点（微小区域）进行所含全部元素的定性/定量分析。在荧光屏显示的图像上选定需要分析的点，使聚焦电子束照射在该点处不动，激发试样元素的特征 X 射线，波谱仪或能谱仪检测给出与 X 射线成正比的电脉冲，由多道脉冲高度分析器给出能量色散谱线，显示在显示器上。横坐标为元素，纵坐标为元素的含量。图 7-7 是元素点分析的一个实例。

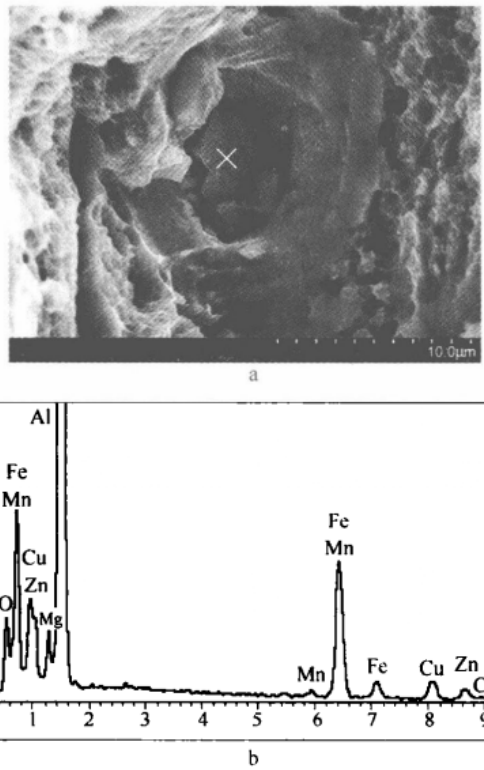


图 7-7 钢中夹杂的 EDS 点分析

a—7075 铝合金的 SEM 断口像；b—图像 × 位置处的 EDS 点分析谱线

图 7-7 是 7075 铝合金中夹杂的点分析。图 7－7a 是夹杂的 SEM 像，夹杂的 × 处为电子束作点分析的位置；图 7－7b 是 EDS 点分析谱线，其中 Al、Cu、Zn、Mg 峰为基体元素，夹杂主要由 Fe、Mn 和 O 元素组成。

7.5.2 元素线扫描分析

使聚焦电子束在试样上沿一选定直线（一般穿越粒子或界面）进行慢速扫描，显示器电子束的横向扫描与电子束在试样上的扫描同步，X 射线谱仪处于探测某一元素特

征 X 射线状态。用该元素 X 射线信号强度（计数率）调制显示器电子束的纵向位置，可以得到 X 射线强度沿试样上扫描线的分布，反映出该元素在选定直线上的含量变化。也可以把电子束扫描线、特征 X 射线强度分布曲线重叠在二次电子图像上，能更加直观地表明元素含量分布与形貌之间的关系。图 7-8 是线扫描的实例，图上部是 SEM 形貌像，虚线为电子束扫描线，下部为 Si、Ag、Ca 的 X 射线强度分布曲线，在界面处发生明显变化，显示出 3 种元素的分布特征。

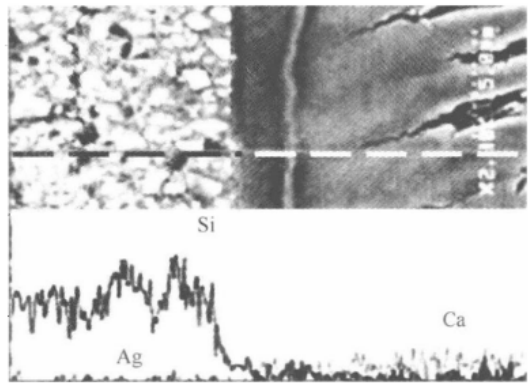


图 7-8 EDS 线扫描分析

线扫描分析在测定材料相界/晶界上元素的富集与贫化是十分有效的。在有关原子扩散的研究中，沿垂直于扩散界面的方向上进行线扫描，可以很快得出浓度与扩散距离的关系曲线，比剥层化学分析、放射性示踪原子等方法更为方便。

7.5.3 元素面分布分析

聚焦电子束在试样上作二维光栅扫描，X 射线谱仪处于探测某一元素特征 X 射线状态，谱仪输出的脉冲信号，调制同步扫描的显示器亮度，试样每产生一个 X 光子，探测器输出一个脉冲，显像管荧光屏上形成一个亮点。由此荧光屏上得到由许多亮点组成的图像，称为 X 射线元素面分布图。若试样上该元素含量多，荧光屏图像上相应区域的亮点就密集。依据图像上亮点的疏密和分布，可定性知道该元素在试样中的分布情况。在同一幅 X 射线扫描像中，亮区元素含量高，灰色区域元素含量较低，黑色区域元素含量很低或不存在该种元素。谱仪可以调整到探测不同元素的特征 X 射线状态，得到该元素的 X 射线扫描像。图 7-9 是元素面分布的实例。

图 7-9 是粉末冶金高速钢中的析出相的元素面分布分析。图 7-9a 是二次电子像，显示出析出相的形貌；图 7-9b 是 V 的 $K_{\alpha 1}$ 射线的面分布，图中的亮区，表明该析出相富含 V 元素；图 7-9c 是 W 的 $M_{\alpha 1}$ 射线的面分布，有两个亮区显示该析出相富含 W 元素，另外的较暗区域含 W 元素较少。比较 3 张图像可以知道，析出相有两种，分别含有 V 和 W 元素，其余黑色的区域为基体，不含有这两种元素。

使用元素分布时应注意，同一视场在不同条件下（束流大小、曝光时间长短等）的面分布图像，它们之间的亮度对比不能看做是各元素相对含量的依据。

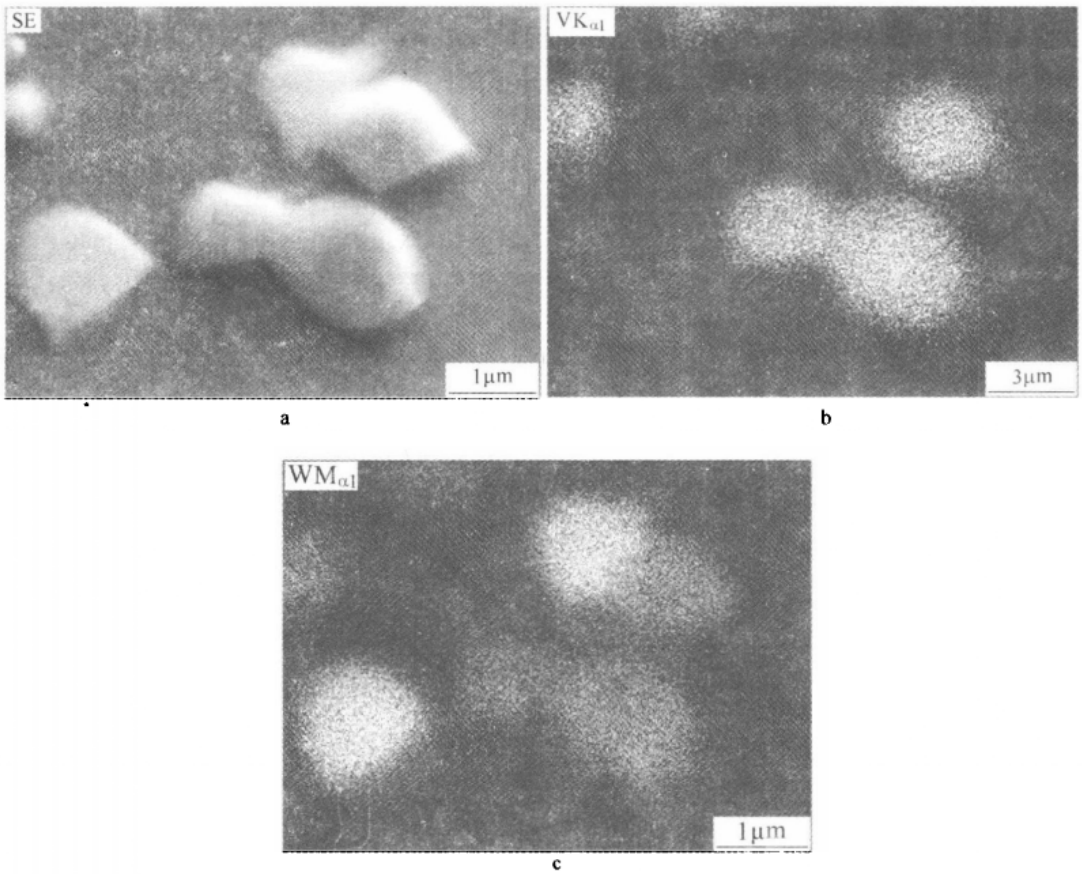


图 7-9 粉末冶金高速钢的元素面分布

a—二次电子像；b—V 元素的面分布；c—W 元素的面分布

（《Material Characterization 61》）

7.5.4 元素的定量分析

在稳定的电子束照射下，由谱仪得到的 X 射线谱在扣除了背底之后，各元素的同类特征谱线（通常采用 K 系线）的强度值应与它们的浓度相对应。对于试样中的 Y 元素，进行定量分析时要首先测量出其 X 射线强度 I'_Y，然后在相同的条件下测量纯 Y 元素的 X 射线强度 I'_{Y0}，扣除背底和死时间对测量值的影响，得到 I_Y 和 I_{Y0}，两者的强度比为 K_Y，即

$$K_Y = \frac{I_Y}{I_{Y0}} \tag{7-1}$$

在理想情况下，K_Y 就是试样中 Y 元素的质量浓度 C_Y。

然而，谱线强度的直接对比只能对元素的相对含量作出定性结果，这是因为谱线强度除与元素含量有关外，还与以下三个因素相关，定量计算时必须进行修正。

（1）原子序数修正。在电子束能量确定的条件下，不同原子序数的元素激发特征

X 光的效率不同。原子序数低的元素其原子内层电子的结合能低，激发率高；原子序数高的元素其原子内层电子的结合能高，激发率低；含量相同的不同元素在同一个电子束激发下，低原子序数的元素发射的特征 X 光子数多，定量计算时要进行修正，称为 Z 修正。

（2）吸收修正。特征 X 射线光子被激发出来以后，要在试样内穿过一定距离才能逸出，进入真空被探测器接收。X 光子在试样中运行有一部分被试样重新吸收，不同元素的 X 光能量不同，低能量 X 光子被吸收的几率大于高能量 X 光子。因此依据计数进行定量计算需要对这种吸收进行修正，称为 A 修正。

（3）荧光射线修正。特征 X 射线光子被激发以后在试样中运行，遇到另外的原子可能激发出该原子的特征 X 光子，这种荧光 X 射线被检测到将增加该元素的含量，应该予以修正，称为 F 修正。

考虑到 3 个修正，有：

$$C_Y = ZAFK_Y \tag{7-2}$$

式中，C_Y 是试样中 Y 元素的质量浓度。当前的 WDS 和 EDS 分析中，仪器中都装有专用的修正程序，在检测完成后，由计算机自动进行修正，称为 ZAF 修正。

图 7-10 是低碳低合金钢 STEM－EDS 分析的结果。试样经淬火冷轧，得到变形板条马氏体。图 7-10a 是变形板条马氏体的 STEM 像，板条宽度约 80nm；图 7-10b 是图 7-10a 方框区域内 EDS 分析得到的谱线（原图彩色）。主要元素 Fe、Mn、Cr、Mo 等为试样内元素，Cu 元素峰是电镜镜筒中的铜质构件受到散射电子或特征 X 光激发产生的。

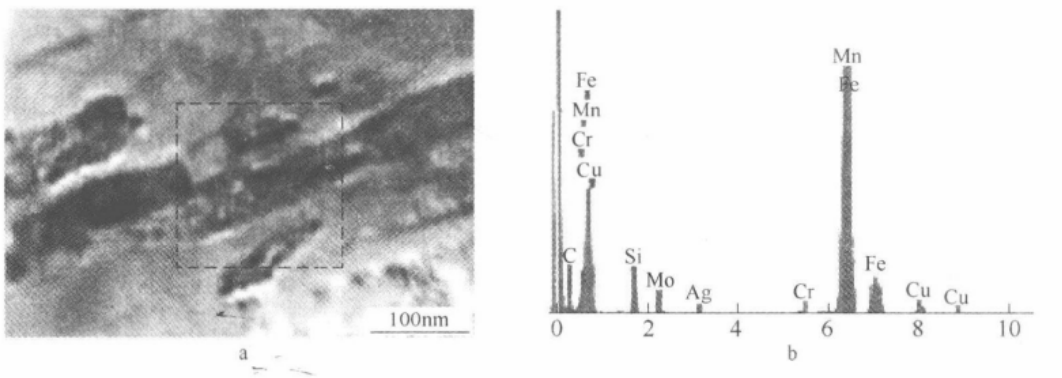


图 7-10 低碳低合金钢 STEM－EDS 分析

EDS 对谱线测量的结果进行 ZAF 修正，结果示于表 7-2 中。ZAF 修正是谱仪的计算机依据操作指令自动完成的，有重量百分比和原子百分比两种结果。这里的计算是无标样定量分析，并且对谱线中的 Cu 等外来峰会自动加入到 100% 含量中进行计算。为尽量准确，在定量计算之前需要人为去除 Cu 等试样以外的元素峰。

表7-2 低碳低合金钢EDS元素分析的ZAF修正结果

Z	C K	Si K	Mn K	Fe K	Cr K	Mo K	All
质量分数/%	0.12	0.50	3.82	94.85	0.90	0.50	100
原子分数/%	0.11	0.88	15.73	82.26	0.76	0.26	100

7.6 波谱仪和能谱仪的性能比较

同为利用特征X射线检测元素含量的仪器，波谱仪和能谱仪各自具有特点。一般地说，波谱仪分析的元素范围广、探测极限小、分辨率高，适用于精确的定量分析。其缺点是要求试样表面平整光滑，分析速度较慢，需要用较大的束流，从而容易引起样品损伤和镜筒污染，仪器结构复杂。能谱仪在分析元素范围、探测极限、分辨率等方面不如波谱仪，但其分析速度快，可使用较小的束流和微细的电子束进行分析，对试样表面要求不那样严格，结构简单，因此特别适合于与扫描电子显微镜、透射电子显微镜配合使用。表7-3是波谱仪和能谱仪主要性能的比较。

表7-3 波谱仪和能谱仪的主要性能比较

特 性	波谱仪（WDS）	能谱仪（EDS）
分析元素范围	Z≥4	Z≥11（加铍窗）；Z≥6（去铍窗）
分辨率/eV	约5	约130
分析精度/%	±1~5	≤±5
探测极限/%	0.01~0.1	0.1~0.5
最小束斑直径/nm	约200	约5

在应用两种谱仪分析元素的时候，能谱定性分析时应注意含量低于0.5%元素的鉴别，电子束、X光引起镜筒元件的Cu、Mo峰的鉴别。波谱定性分析时，对波长为λ的X射线不仅可以探测到一级X射线，同时可在其他θ角处探测到2级、3级…衍射线，它们将使X射线探测器输出不同电压脉冲幅度，分析中应该注意区分。

目前扫描电镜与电子探针仪可同时配有能谱仪和波谱仪，构成扫描电镜-波谱仪-能谱仪系统，两种谱仪优势互补，是非常有效的材料研究仪器。

思 考 题

7-1 分光晶体检测X射线的依据是什么？

7-2 说明Si(Li)检测X射线的原理。

7-3 能谱仪在分析微区化学成分时有哪些特点？

7-4 分别说明元素点分析、线扫描和面分布的特征。

7-5 X 射线波谱/能谱分析中的 ZAF 修正是什么?

扩充学习——EDS 分析进展

随着电镜场发射电子枪（Field Emission Electron Source）的应用和计算机技术的进步，元素的 EDS 分析取得新的进展，当前主要有 STEM – EDS 分析和 EDS 像分析。

1. STEM – EDS 分析

在这种模式下，EDS 和 TEM 组合使用，场发射电子枪发射高亮度电子束，聚焦成直径可以达到几十纳米甚至几纳米的针状束，同时采用透射电镜的薄晶体试样，电子束透过试样时散射 – 激发体积很小，可与电子束直径相当，避免了发射 X 光信号的水滴状效应，具有很高的空间分辨率。图 1 是 STEM – EDS 分析的应用实例。

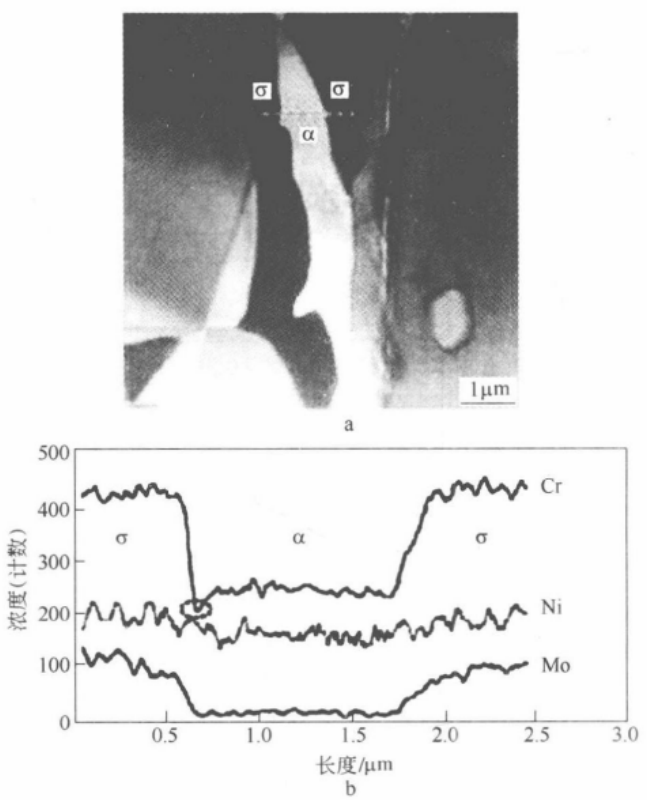


图 1　2205 双相不锈钢的 STEM – EDS 分析

（《Corrosion Science 51》）

图 1a 是 2205 双相不锈钢的 STEM 像，显示出 σ 相和 α 相。在 STEM 模式下，进行 EDS 线扫描，电子束扫描位置如图 1 中虚线所示。电子束直径为纳米级。EDS 检测 Cr、

Ni、Mo元素沿直线位置的分布示于图1b中。可以看出，两相中的Ni含量基本相同，Cr和Mo在σ相中含量较高，而在α中含量较低。在σ相和α相的交界处，Cr含量曲线在左侧出现下拐点而右侧没有，是晶界与电子束的位置相对倾斜形成的。

2. FE－TEM的EDS图（EDS maping）

电子束在试样上做二维光栅扫描，对X光信号逐点检测。与一般面扫描只接受单一元素信号不同的是，EDS图模式检测电子束激发点处全部元素的X光信号，并且对扫描区域单元素分布进行分别显示，也可以把扫描区域的全部元素信号逐点对应的按照成像方式显示，称为EDS maping。由于元素分布的空间分辨率显著提高，元素分布的显示由亮点密集状态达到成像状态。图2是合金钢中氧化物的TEM－EDS分析。图2a是明场像，氧化物尺寸约为400nm，图2b和图2c分别是Cr_L和V_L的EDS图，亮区显示出Cr元素和V元素在氧化物中的分布（《International journal of hydrogen energy 35》）。

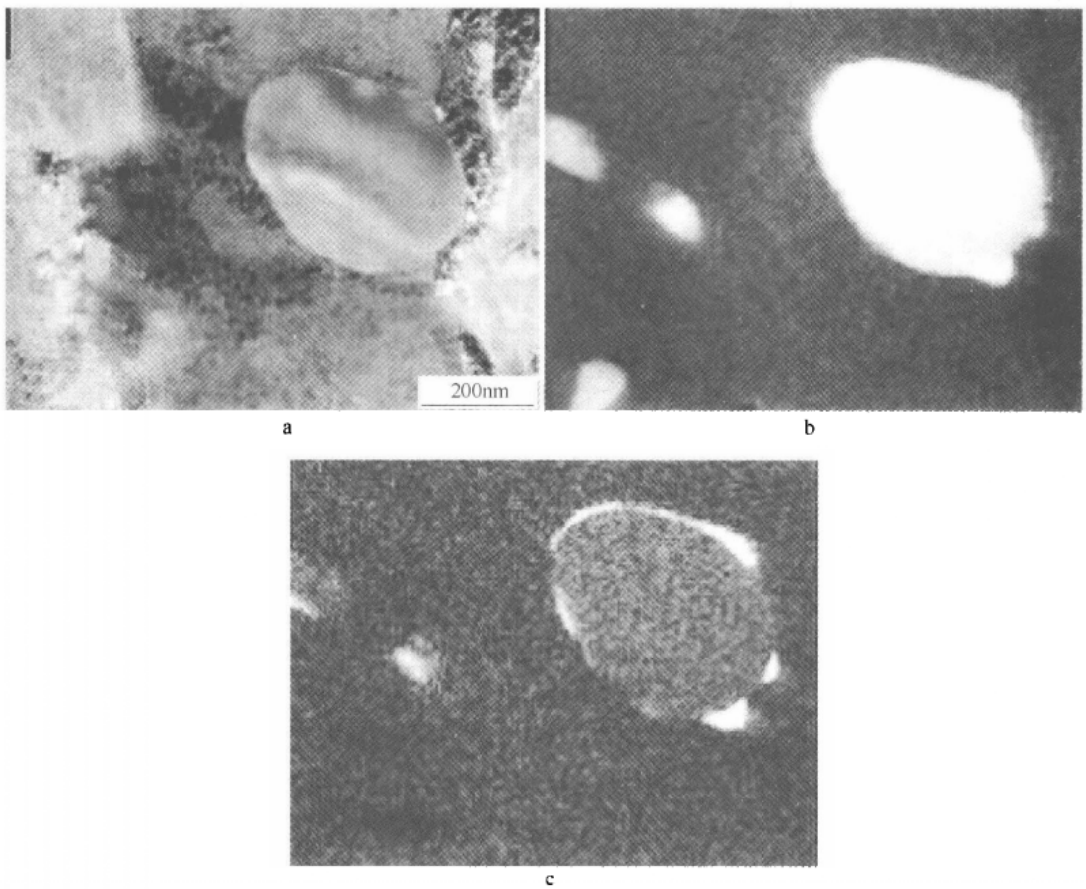


图2 合金钢中氧化物的TEM－EDS分析

3. SEM－EDS图（EDS maping）分析

EDS－maping也可以在SEM中进行。图3是SEM－EDS maping的应用实例。图3a

是氧化锰陶瓷过滤薄膜横截面的二次电子像，图 3b、c、d 依次为 O、Mn、Zr 等各元素的图像（原图彩色，图中色彩是为了区分而设定的人工伪彩，并不代表该元素的颜色）。亮的区域表明该元素含量高，暗的区域表明含量低。从图 3 中可以看到，Mn 颗粒没有在表面（图 Mn $K_{\alpha 1}$ 左侧）富集，而在薄膜的顶层（Zr $L_{\alpha 1}$ 图右侧）有富 Zr 颗粒存在（《Journal of Membrane Science 360》）。

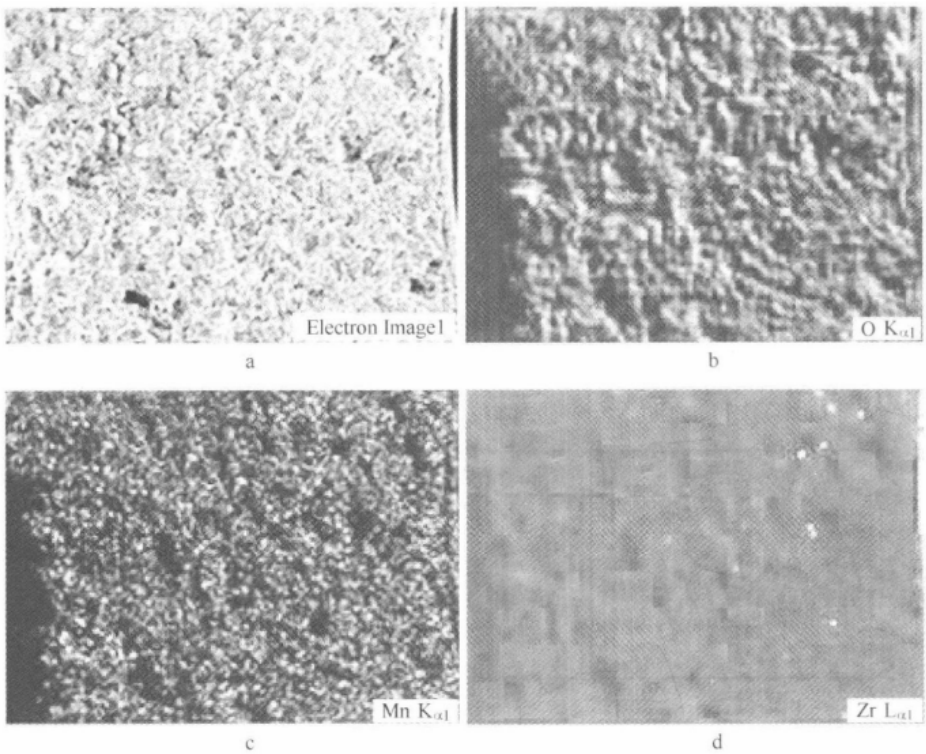


图 3　氧化锰陶瓷薄膜的 SEM－EDS 分析

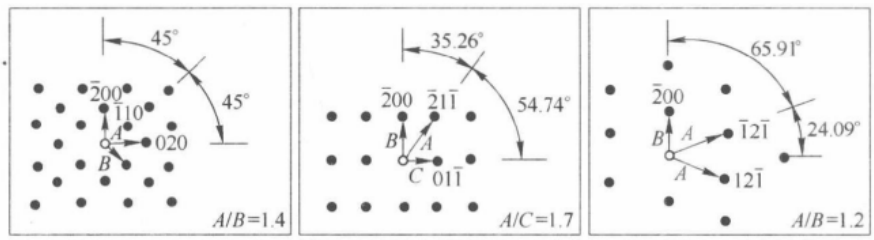
线扫描也有类似的模式，即一次扫描可以得到全部元素的分布谱线，可以同时显示也可以按照需要选择显示。

附　录

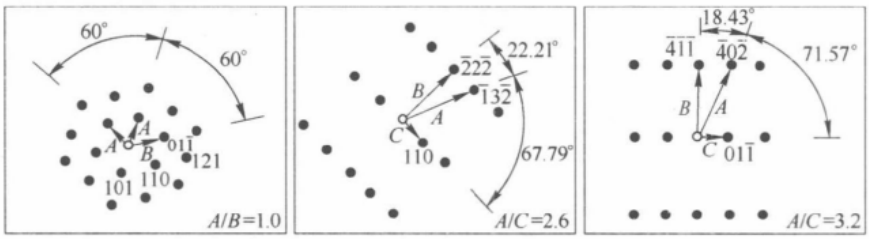
附录 I　常见晶体电子衍射花样标定用图表

1　常用晶体的电子衍射花样

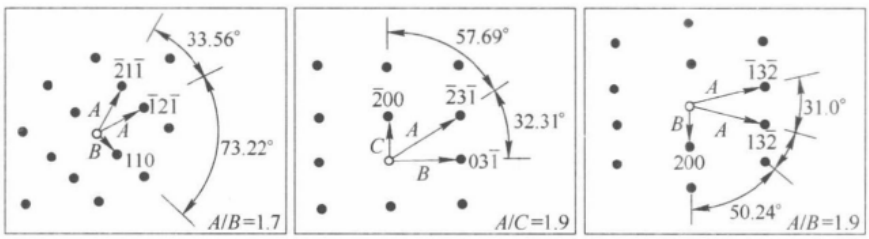
1.1　BCC



B=[001]　　B=[011]　　B=[012]

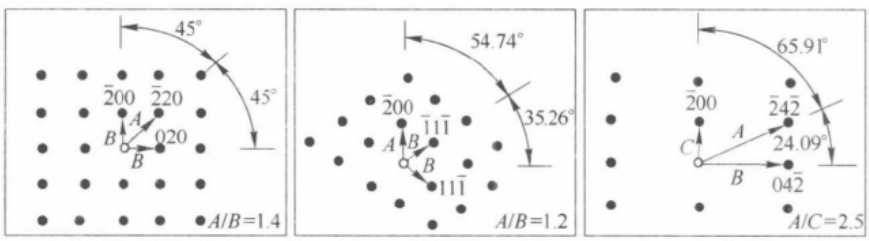


B=[$\bar{1}$11]　　B=[$\bar{1}$12]　　B=[$\bar{1}$22]

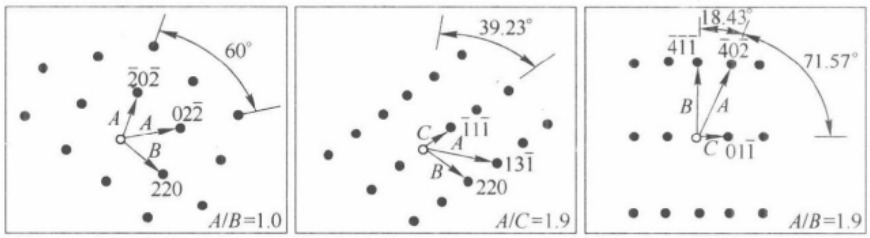


B=[$\bar{1}$13]　　B=[013]　　B=[023]

1.2　FCC

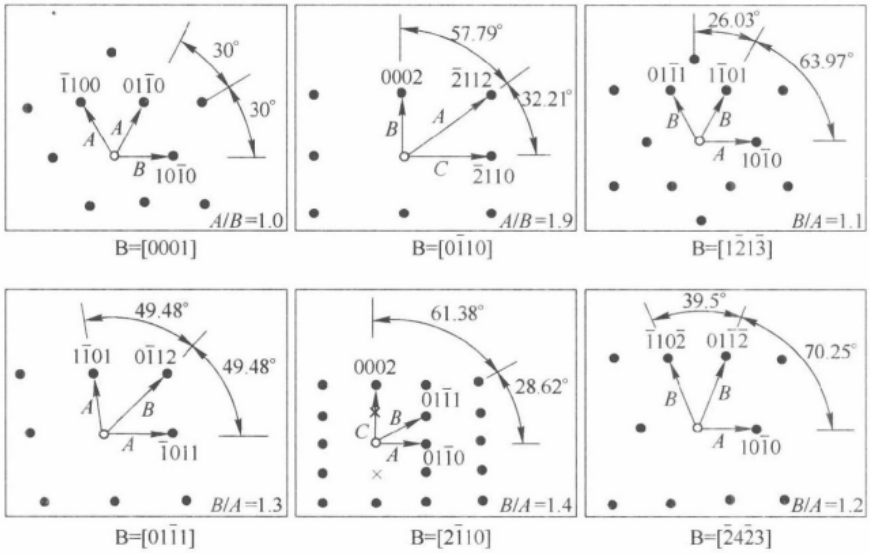


B=[001]　　B=[011]　　B=[012]



B=[$\bar{1}11$]　　B=[$\bar{1}12$]　　B=[$\bar{1}22$]

1.3　HCP（$c/a=1.633$）



B=[$01\bar{1}1$]　　B=[$2\bar{1}10$]　　B=[$\bar{2}42\bar{3}$]

注：电镜观察中通常需要即时确定衍射花样的带轴，这时可用这些标准花样同荧光板上的衍射花样相对照。比对特征四边形的夹角和边长比值，可以快速确定花样的带轴。电镜操作者应记住一些常见的标准花样。

2　常用晶体的倒易平面指数

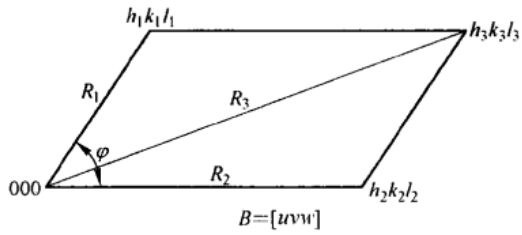
附表 1-1　BCC 结构

N	R_2/R_1	R_3/R_1	φ	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	$[u\ v\ w]$
1	1.000	1.000	60.00	0 $\bar{1}$ $\bar{1}$	$\bar{1}$ 1 0	111
2	1.001	1.196	106.60	$\bar{1}$ 3 2	$\bar{3}$ $\bar{1}$ 1	245
3	1.001	1.291	99.59	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$	$\bar{2}$ $\bar{1}$ 1	135
4	1.001	1.415	90.00	$\bar{1}$ 1 0	$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0	001
5	1.049	1.141	67.58	4 2 0	3 2 $\bar{3}$	367
6	1.081	1.225	72.02	$\bar{2}$ 2 2	2 $\bar{3}$ 1	235
7	1.081	1.472	90.00	$\bar{2}$ 2 2	3 $\bar{2}$ 1	145
8	1.096	1.184	68.58	$\bar{3}$ 1 0	$\bar{2}$ $\bar{2}$ 2	134

续附表 1-1

N	R_2/R_1	R_3/R_1	φ	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	$[u\ v\ w]$
9	1.134	1.196	67.79	$\bar{3}21$	$1\bar{4}1$	127
10	1.196	1.464	83.14	$13\bar{2}$	$\bar{4}20$	247
11	1.196	1.559	90.00	$\bar{1}3\bar{2}$	$\bar{4}02$	356
12	1.196	1.254	68.99	$\bar{2}3\bar{1}$	$\bar{4}02$	346
13	1.225	1.225	65.91	$\bar{2}00$	$\bar{1}\bar{2}1$	012
14	1.291	1.528	97.42	$12\bar{1}$	$\bar{3}10$	137
15	1.291	1.415	75.04	$\bar{1}20$	$\bar{3}01$	123
16	1.342	1.415	107.35	$03\bar{1}$	$\bar{4}\bar{1}1$	126
17	1.355	1.472	75.75	$\bar{2}\bar{2}\bar{2}$	$3\bar{3}2$	156
18	1.363	1.604	83.98	$\bar{2}3\bar{1}$	$\bar{4}\bar{1}3$	457
19	1.415	1.484	106.43	$3\bar{1}0$	$04\bar{2}$	136
20	1.415	1.733	90.00	$01\bar{1}$	$\bar{2}00$	011
21	1.415	1.613	81.87	$30\bar{1}$	$04\bar{2}$	236
22	1.464	1.604	78.74	$\bar{1}3\bar{2}$	$\bar{5}12$	467
23	1.472	1.582	76.91	$\bar{2}23$	$3\bar{4}1$	347
24	1.473	1.780	90.01	$\bar{2}24$	$4\bar{3}1$	257
25	1.528	1.528	70.89	$\bar{2}\bar{1}1$	$1\bar{3}2$	177
26	1.528	1.826	90.00	$\bar{2}\bar{1}1$	$2\bar{3}1$	124
27	1.528	1.733	96.26	$\bar{1}2\bar{1}$	$\bar{3}\bar{1}2$	357
28	1.582	1.871	90.00	$\bar{2}00$	$0\bar{3}1$	013
29	1.582	1.684	102.17	$\bar{2}\bar{2}2$	$5\bar{2}1$	167
30	1.613	1.898	90.00	$30\bar{1}$	$\bar{1}4\bar{3}$	256
31	1.733	1.733	73.22	$\bar{1}10$	$\bar{2}\bar{1}1$	113
32	1.826	2.082	90.00	$12\bar{1}$	$\bar{4}20$	125
33	1.826	1.915	79.48	$\bar{1}2\bar{1}$	$\bar{4}02$	234
34	1.871	1.871	74.50	$\bar{2}00$	$\bar{1}\bar{3}2$	023
35	1.898	2.050	83.95	$\bar{3}10$	$\bar{2}\bar{4}4$	267
36	2.122	2.122	76.37	$\bar{2}00$	$\bar{1}\bar{4}1$	014
37	2.237	2.237	77.08	$01\bar{1}$	$\bar{3}10$	133
38	2.381	2.450	81.95	$\bar{1}2\bar{1}$	$\bar{5}03$	345
39	2.450	2.646	90.00	$\bar{1}10$	$\bar{2}\bar{2}2$	112
40	2.450	2.517	97.82	$\bar{2}\bar{1}1$	$4\bar{4}2$	146

注：用查表法标定单晶体电子衍射花样，首先应该知道晶体的结构，作出花样的特征四边形，依据四边形 R 值比和 φ 角查表标定，表中符号如下图所示。



附表 1－1 中的数据是计算值，通常与实际测量的 R、φ 值有一定误差。

附表 1－2　FCC 结构

N	R_2/R_1	R_3/R_1	φ	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	$[u\ v\ w]$
1	1.000	1.415	90.00	$\bar{2}\,0\,0$	$0\,\bar{2}\,0$	001
2	1.000	1.155	109.47	$1\,\bar{1}\,1$	$1\,1\,\bar{1}$	011
3	1.000	1.000	60.00	$0\,2\,\bar{2}$	$\bar{2}\,2\,0$	111
4	1.001	1.096	66.42	$0\,\bar{4}\,2$	$4\,\bar{2}\,0$	124
5	1.001	1.026	118.27	$\bar{3}\,3\,\bar{1}$	$\bar{1}\,\bar{3}\,3$	356
6	1.001	1.055	116.39	$\bar{4}\,4\,\bar{2}$	$\bar{2}\,\bar{4}\,4$	256
7	1.001	1.291	99.59	$2\,\bar{4}\,2$	$4\,2\,\bar{2}$	135
8	1.001	1.349	95.22	$1\,\bar{3}\,1$	$3\,1\,\bar{1}$	125
9	1.026	1.358	84.11	$1\,3\,\bar{3}$	$\bar{4}\,2\,0$	367
10	1.055	1.375	96.05	$2\,4\,\bar{4}$	$\bar{6}\,2\,0$	267
11	1.096	1.342	100.52	$\bar{4}\,0\,2$	$2\,\bar{4}\,2$	234
12	1.124	1.358	79.20	$\bar{3}\,\bar{1}\,3$	$2\,\bar{4}\,2$	567
13	1.173	1.542	90.00	$0\,2\,\bar{2}$	$\bar{3}\,1\,1$	233
14	1.173	1.173	64.76	$\bar{2}\,2\,0$	$\bar{3}\,\bar{1}\,1$	114
15	1.202	1.248	111.70	$\bar{4}\,\bar{2}\,4$	$6\,\bar{4}\,0$	467
16	1.225	1.472	97.82	$\bar{4}\,\bar{2}\,2$	$4\,\bar{4}\,2$	146
17	1.291	1.528	97.42	$\bar{2}\,\bar{4}\,2$	$6\,\bar{2}\,0$	137
18	1.315	1.349	110.23	$\bar{3}\,\bar{1}\,1$	$3\,\bar{3}\,1$	136
19	1.315	1.478	78.02	$\bar{3}\,1\,1$	$\bar{1}\,\bar{3}\,3$	345
20	1.342	1.674	90.00	$\bar{4}\,2\,0$	$\bar{2}\,\bar{4}\,4$	245
21	1.342	1.415	72.65	$4\,\bar{2}\,0$	$4\,4\,\bar{2}$	126
22	1.349	1.567	82.25	$1\,3\,\bar{1}$	$\bar{4}\,2\,0$	127
23	1.415	1.613	98.13	$0\,\bar{4}\,2$	$6\,0\,\bar{2}$	236
24	1.472	1.684	83.50	$\bar{2}\,4\,\bar{2}$	$\bar{6}\,0\,4$	456
25	1.478	1.784	90.00	$\bar{3}\,\bar{1}\,1$	$2\,\bar{4}\,2$	147

续附表 1-2

N	R_2/R_1	R_3/R_1	φ	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	$[u\ v\ w]$
26	1.478	1.567	104.25	$1\ \bar{3}\ 1$	$4\ 2\ \bar{2}$	237
27	1.528	1.528	70.89	$\bar{4}\ \bar{2}\ 2$	$2\ \bar{6}\ 4$	157
28	1.528	1.733	96.26	$\bar{2}\ 4\ \bar{2}$	$\bar{6}\ \bar{2}\ 4$	357
29	1.542	1.542	71.07	$\bar{2}\ 2\ 0$	$\bar{3}\ \bar{1}\ 3$	334
30	1.542	1.838	90.00	$\bar{2}\ 2\ 0$	$\bar{3}\ \bar{3}\ 1$	116
31	1.582	1.582	71.57	$0\ 2\ \bar{2}$	$\bar{4}\ 2\ 0$	122
32	1.613	1.674	75.64	$\bar{4}\ 0\ 2$	$0\ \bar{6}\ 4$	346
33	1.633	1.915	90.00	$1\ 1\ \bar{1}$	$\bar{2}\ 2\ 0$	112
34	1.659	1.659	72.45	$\bar{2}\ 0\ \bar{0}$	$\bar{1}\ \bar{3}\ 1$	013
35	1.674	1.844	96.86	$4\ \bar{2}\ 0$	$2\ 6\ \bar{4}$	247
36	1.733	1.733	73.22	$2\ \bar{2}\ 0$	$4\ 2\ \bar{2}$	113
37	1.784	1.810	104.76	$\bar{3}\ 1\ 1$	$1\ \bar{5}\ 3$	457
38	1.838	2.092	90.00	$0\ 2\ \bar{2}$	$\bar{5}\ 1\ 1$	255
39	2.092	2.092	76.17	$0\ 2\ \bar{2}$	$\bar{5}\ 3\ 1$	455
40	2.122	2.122	76.37	$\bar{2}\ 2\ 0$	$\bar{4}\ \bar{2}\ 4$	223

附表 1-3 HCP 结构（$c/a=1.633$）

N	R_2/R_1	R_3/R_1	φ	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	$[u\ v\ w]$
1	1.000	1.000	60.00	$0\ \bar{1}\ 0$	$1\ \bar{1}\ 0$	0 0 1
2	1.001	1.288	99.83	$1\ 0\ \bar{1}$	$\bar{1}\ 1\ \bar{1}$	1 2 1
3	1.001	1.189	72.89	$1\ 0\ \bar{2}$	$\bar{1}\ 1\ \bar{2}$	2 4 1
4	1.019	1.329	97.70	$1\ \bar{2}\ 2$	$2\ 0\ \bar{1}$	2 5 4
5	1.038	1.295	101.11	$\bar{1}\ \bar{1}\ \bar{1}$	$1\ 0\ \bar{3}$	$3\ \bar{4}\ 1$
6	1.046	1.046	61.44	$2\ 1\ 0$	$1\ 1\ \bar{1}$	1 2 3
7	1.081	1.101	116.25	$\bar{1}\ 1\ 3$	$\bar{1}\ \bar{1}\ \bar{2}$	$1\ \bar{5}\ 2$
8	1.081	1.436	92.83	$1\ 0\ \bar{3}$	$1\ 1\ 2$	$3\ \bar{5}\ 1$
9	1.086	1.086	62.56	$\bar{1}\ \bar{1}\ 0$	$0\ \bar{1}\ \bar{3}$	$3\ \bar{3}\ 1$
10	1.086	1.476	90.00	$\bar{1}\ \bar{1}\ 0$	$1\ \bar{1}\ \bar{3}$	$3\ \bar{3}\ 2$
11	1.122	1.299	75.24	$2\ \bar{1}\ 1$	$1\ 1\ \bar{2}$	1 5 3
12	1.132	1.132	63.79	$1\ 0\ 0$	$0\ 1\ \bar{1}$	0 1 1
13	1.137	1.378	99.99	$\bar{2}\ 0\ 1$	$1\ \bar{2}\ \bar{3}$	$2\ \bar{5}\ 4$
14	1.143	1.461	85.70	$1\ 1\ \bar{1}$	$\bar{2}\ 2\ \bar{1}$	1 3 4
15	1.173	1.173	64.76	$\bar{2}\ 1\ 0$	$\bar{1}\ \bar{1}\ 2$	2 4 3

续附表 1－3

N	R_2/R_1	R_3/R_1	φ	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	$[u\ v\ w]$
16	1.195	1.558	90.00	$2\ \bar{1}\ 0$	$0\ 2\ \bar{1}$	1 2 4
17	1.243	1.290	110.79	$1\ 0\ \bar{2}$	$\bar{2}\ 1\ \bar{1}$	2 5 1
18	1.243	1.420	77.70	$0\ \bar{1}\ 2$	$2\ \bar{1}\ 1$	1 4 2
19	1.288	1.601	87.82	$1\ 0\ \bar{1}$	$\bar{1}\ 1\ \bar{2}$	1 3 1
20	1.295	1.565	95.06	$\bar{1}\ \bar{1}\ \bar{1}$	$1\ 0\ \bar{4}$	$4\ \bar{5}\ 1$
21	1.295	1.411	74.64	$\bar{1}\ \bar{1}\ \bar{1}$	$1\ \bar{1}\ \bar{4}$	$3\ \bar{5}\ 2$
22	1.299	1.512	98.86	$\bar{1}\ \bar{1}\ \bar{1}$	$2\ \bar{1}\ \bar{3}$	$2\ \bar{5}\ 3$
23	1.303	1.404	106.21	$1\ \bar{2}\ \bar{2}$	$2\ 1\ 0$	$2\ \bar{4}\ 5$
24	1.329	1.521	80.15	$\bar{2}\ 1\ 2$	$\bar{1}\ \bar{2}\ \bar{1}$	$3\ \bar{4}\ 5$
25	1.355	1.355	68.33	$\bar{1}\ \bar{1}\ 0$	$0\ \bar{1}\ \bar{4}$	$4\ \bar{4}\ 1$
26	1.394	1.609	82.73	$1\ 0\ \bar{2}$	$1\ 1\ 2$	$2\ \bar{4}\ 1$
27	1.411	1.574	79.50	$\bar{1}\ \bar{1}\ \bar{1}$	$2\ \bar{2}\ \bar{3}$	$1\ \bar{5}\ 4$
28	1.420	1.614	81.66	$1\ \bar{1}\ 2$	$2\ 0\ \bar{1}$	1 5 2
29	1.436	1.517	74.63	$1\ \bar{1}\ \bar{3}$	$2\ 1\ \bar{1}$	$4\ \bar{5}\ 3$
30	1.458	1.458	69.94	$1\ 0\ 0$	$0\ 1\ \bar{2}$	0 2 1
31	1.461	1.490	71.76	$1\ \bar{2}\ 1$	$3\ \bar{1}\ 0$	1 3 5
32	1.476	1.783	90.00	$\bar{1}\ \bar{1}\ 0$	$2\ \bar{2}\ \bar{3}$	$3\ \bar{3}\ 4$
33	1.490	1.574	104.44	$1\ 1\ \bar{1}$	$\bar{3}\ 2\ \bar{1}$	1 4 5
34	1.531	1.828	90.00	$0\ \bar{1}\ 1$	$2\ \bar{1}\ 0$	1 2 2
35	1.558	1.558	71.28	$2\ \bar{1}\ 0$	$1\ 2\ \bar{1}$	1 2 5
36	1.582	1.582	71.57	$\bar{1}\ \bar{1}\ 0$	$1\ \bar{2}\ \bar{4}$	$4\ \bar{4}\ 3$
37	1.614	1.851	93.15	$1\ 0\ \bar{2}$	$1\ 1\ 3$	$2\ \bar{5}\ 1$
38	1.637	1.637	72.21	$\bar{1}\ \bar{1}\ 0$	$0\ \bar{1}\ \bar{5}$	$5\ \bar{5}\ 1$
39	1.637	1.918	90.00	$\bar{1}\ \bar{1}\ 0$	$1\ \bar{1}\ \bar{5}$	$5\ \bar{5}\ 2$
40	1.646	1.646	72.31	$2\ \bar{1}\ 0$	$1\ 2\ \bar{2}$	2 4 5

附录Ⅱ　常见物相的晶体学数据表

附表 2-1　常见体心立方晶体的晶面指数与面间距

晶　体		α－Fe	Cr	Mo	W	Nb
a/nm		0.2866	0.2885	0.3147	0.3165	0.3301
N	hkl	d_{hkl}/nm				
1	011	0.20269	0.20403	0.22256	0.22383	0.23345
2	002	0.14332	0.14427	0.15738	0.15827	0.16508

续附表 2-1

晶 体		α－Fe	Cr	Mo	W	Nb
a/nm		0.2866	0.2885	0.3147	0.3165	0.3301
N	hkl	d_{hkl}/nm				
3	112	0.11702	0.11780	0.12850	0.12923	0.13478
4	022	0.10135	0.10202	0.11128	0.11192	0.11673
5	013	0.09065	0.09125	0.09953	0.10010	0.10440
6	222	0.08275	0.08330	0.09086	0.09138	0.09531
7	123	0.07661	0.07712	0.08412	0.08460	0.08824
8	004	0.07166	0.07214	0.07869	0.07914	0.08254
9	114	0.06756	0.06801	0.07419	0.07461	0.07782
10	033	0.06756	0.06801	0.07419	0.07461	0.07782
11	024	0.06410	0.06452	0.07038	0.07078	0.07382
12	233	0.06111	0.06152	0.06710	0.06749	0.07039
13	224	0.05851	0.05890	0.06425	0.06462	0.06739
14	015	0.05622	0.05659	0.06173	0.06208	0.06475
15	134	0.05622	0.05659	0.06173	0.06208	0.06475
16	125	0.05233	0.05268	0.05746	0.05779	0.06028
17	044	0.05067	0.05101	0.05564	0.05596	0.05836
18	035	0.04916	0.04949	0.05398	0.05429	0.05662
19	334	0.04916	0.04949	0.05398	0.05429	0.05662
20	244	0.04777	0.04809	0.05246	0.05276	0.05502

附表 2-2 常见面心立方晶体的晶面指数与面间距

晶 体		γ－Fe	Cu	Al	Au	Ag	Ni
a/nm		0.3585	0.3615	0.4049	0.4078	0.4086	0.3524
N	hkl	d_{hkl}/nm					
1	111	0.20701	0.20874	0.23380	0.23547	0.23593	0.20349
2	002	0.17928	0.18077	0.20247	0.20393	0.20433	0.17623
3	022	0.12677	0.12783	0.14317	0.14420	0.14448	0.12461
4	113	0.10811	0.10901	0.12210	0.12297	0.12321	0.10627
5	222	0.10350	0.10437	0.11690	0.11774	0.11797	0.10174
6	004	0.08964	0.09039	0.10124	0.10196	0.10216	0.08811
7	133	0.08226	0.08294	0.09290	0.09357	0.09375	0.08086
8	024	0.08017	0.08084	0.09055	0.09120	0.09138	0.07881
9	224	0.07319	0.07380	0.08266	0.08325	0.08341	0.07194
10	333	0.06900	0.06958	0.07793	0.07849	0.07864	0.06783

续附表 2-2

晶　体		γ－Fe	Cu	Al	Au	Ag	Ni
a/nm		0.3585	0.3615	0.4049	0.4078	0.4086	0.3524
N	hkl	d_{hkl}/nm					
11	115	0.06900	0.06958	0.07793	0.07849	0.07864	0.06783
12	044	0.06338	0.06391	0.07159	0.07210	0.07224	0.06230
13	135	0.06061	0.06111	0.06845	0.06894	0.06907	0.05957
14	006	0.05976	0.06026	0.06749	0.06798	0.06811	0.05874
15	244	0.05976	0.06026	0.06749	0.06797	0.06811	0.05874
16	026	0.05669	0.05717	0.06403	0.06449	0.06461	0.05573
17	335	0.05468	0.05514	0.06175	0.06220	0.06232	0.05375
18	226	0.05405	0.05451	0.06105	0.06149	0.06161	0.05313
19	444	0.05175	0.05218	0.05845	0.05887	0.05898	0.05087
20	155	0.05021	0.05063	0.05670	0.05711	0.05722	0.04935

附表 2-3　常见面心立方金属-（C/N）化合物的晶面指数与面间距

晶　体		V_4C_3	TiC	NbC	CrN	TiN	NbN
a/nm		0.4160	0.4360	0.4470	0.4140	0.4230	0.4390
N	hkl	d_{hkl}/nm					
1	111	0.24020	0.25175	0.25810	0.23905	0.24425	0.25348
2	002	0.20803	0.21803	0.22352	0.20703	0.21153	0.21953
3	022	0.14710	0.15417	0.15806	0.14639	0.14957	0.15523
4	113	0.12544	0.13147	0.13479	0.12484	0.12755	0.13238
5	222	0.12010	0.12588	0.12905	0.11952	0.12212	0.12674
6	004	0.10401	0.10901	0.11176	0.10351	0.10576	0.10976
7	133	0.09545	0.10004	0.10256	0.09499	0.09705	0.10072
8	024	0.09303	0.09750	0.09996	0.09258	0.09460	0.09817
9	224	0.08493	0.08901	0.09125	0.08452	0.08635	0.08962
10	333	0.08007	0.08392	0.08603	0.07968	0.08142	0.08449
11	115	0.08007	0.08392	0.08603	0.07968	0.08142	0.08449
12	044	0.07355	0.07708	0.07903	0.07319	0.07479	0.07761
13	135	0.07032	0.07371	0.07556	0.06999	0.07151	0.07421

续附表 2-3

晶 体		V_4C_3	TiC	NbC	CrN	TiN	NbN
a/nm		0.4160	0.4360	0.4470	0.4140	0.4230	0.4390
N	hkl	d_{hkl}/nm					
14	006	0.06934	0.07268	0.07451	0.06901	0.07051	0.07318
15	244	0.06934	0.07267	0.07451	0.06901	0.07051	0.07317
16	026	0.06578	0.06895	0.07068	0.06547	0.06689	0.06942
17	335	0.06345	0.06650	0.06817	0.06314	0.06451	0.06695
18	226	0.06272	0.06574	0.06739	0.06242	0.06378	0.06619
19	117	0.05826	0.06106	0.06260	0.05798	0.05924	0.06148
20	111	0.24020	0.25175	0.25810	0.23905	0.24425	0.25348

附表 2-4 常见面心立方金属－C 化合物的晶面指数与面间距

晶 体		Fe_3O_4	$M_{23}C_6$	M_6C
a/nm		0.8392	1.0621	1.1082
N	hkl	d_{hkl}/nm		
1	111	0.48454	0.61323	0.63984
2	002	0.41962	0.53108	0.55412
3	022	0.29672	0.37553	0.39182
4	113	0.25304	0.32025	0.33415
5	222	0.24227	0.30661	0.31992
6	004	0.20981	0.26554	0.27706
7	133	0.19254	0.24367	0.25425
8	024	0.18766	0.23750	0.24781
9	224	0.17131	0.21681	0.22622
10	333	0.16151	0.20441	0.21328
11	115	0.16151	0.20441	0.21328
12	044	0.14836	0.18776	0.19591
13	135	0.14186	0.17954	0.18733
14	006	0.13987	0.17703	0.18471
15	244	0.13987	0.17702	0.18471
16	026	0.13270	0.16794	0.17523
17	335	0.12798	0.16198	0.16901
18	226	0.12652	0.16012	0.1607
19	444	0.12113	0.15331	0.15996
20	117	0.11752	0.14873	0.15519

附表 2-5　常见六方系晶体的晶面指数与面间距

晶　体		Mo_2C	Fe_2C	Nb_2C	Fe_2N	AlN	Mo_2N	Cr_2N
a/nm		0.3002	0.2754	0.3126	0.2765	0.3114	0.2827	0.2748
c/nm		0.4724	0.4349	0.4968	0.4420	0.4985	0.4536	0.4438
c/*a*		0.1574	0.1579	0.1589	0.1598	0.1600	0.1604	0.1615
N	*hkl*	d_{hkl}/nm						
1	001	0.47245	0.43495	0.49685	0.44205	0.49855	0.45365	0.44385
2	010	0.26002	0.23855	0.27076	0.23950	0.26972	0.24487	0.23803
3	002	0.23623	0.21748	0.24843	0.22103	0.24928	0.22682	0.22193
4	011	0.22780	0.20915	0.23775	0.21058	0.23723	0.21548	0.20976
5	012	0.17484	0.16071	0.18305	0.16243	0.18307	0.16640	0.16232
6	003	0.15748	0.14498	0.16562	0.14735	0.16618	0.15122	0.14795
7	110	0.15012	0.13772	0.15632	0.13827	0.15572	0.14137	0.13742
8	111	0.14307	0.13130	0.14912	0.13197	0.14864	0.13497	0.13128
9	013	0.13470	0.12389	0.14128	0.12550	0.14148	0.12866	0.12565
10	020	0.13001	0.11927	0.13538	0.11975	0.13486	0.12243	0.11901
11	112	0.12670	0.11635	0.13231	0.11722	0.13207	0.11998	0.11684
12	021	0.12535	0.11503	0.13062	0.11558	0.13018	0.11820	0.11495
13	004	0.11811	0.10874	0.12421	0.11051	0.12464	0.11341	0.11096
14	022	0.11390	0.10458	0.11887	0.10529	0.11861	0.10774	0.10488
15	113	0.10866	0.09985	0.11368	0.10083	0.11363	0.10327	0.10069
16	014	0.10754	0.09894	0.11290	0.10034	0.11314	0.10291	0.10057
17	023	0.10026	0.09211	0.10482	0.09293	0.10472	0.09515	0.09273
18	120	0.09828	0.09016	0.10234	0.09052	0.10195	0.09255	0.08997
19	121	0.09622	0.08828	0.10023	0.08868	0.09988	0.09073	0.08877
20	005	0.09449	0.08699	0.09937	0.08841	0.09971	0.09068	0.08817

附表 2-6 常用六方系晶体的晶面指数与面间距

N	WC $a=0.2904$nm $c=0.2835$nm $c/a=0.976$		Fe_3N $a=0.2695$nm $c=0.4362$nm $c/a=1.618$		Fe_3C $a=0.45240$nm $c=0.5080$nm $c/a=0.67420$	
	hkl	d_{hkl}/nm	hkl	d_{hkl}/nm	hkl	d_{hkl}/nm
1	001	0.28355	001	0.43625	001	0.67425
2	010	0.25154	010	0.23344	001	0.50885
3	011	0.18817	002	0.21813	100	0.45245
4	1100	0.14522	011	0.20582	011	0.40616
5	002	0.14178	012	0.15937	101	0.37570
6	111	0.12926	003	0.14542	110	0.33812
7	020	0.12577	110	0.13477	002	0.33713
8	012	0.12351	111	0.12877	111	0.30224
9	021	0.11497	013	0.12343	012	0.28104
10	112	0.10145	020	0.11672	102	0.27033
11	120	0.09507	112	0.11465	020	0.25443
12	003	0.09452	021	0.11275	112	0.23873
13	022	0.09408	004	0.10906	021	0.23804
14	121	0.09014	022	0.10291	200	0.22623
15	013	0.08848	113	0.09885	003	0.22475
16	030	0.08385	014	0.09881	120	0.22177
17	031	0.08040	023	0.09102	201	0.21447
18	113	0.07922	120	0.08823	121	0.21066
19	122	0.07896	005	0.08725	210	0.20672
20	023	0.07556	121	0.08648	013	0.20559

参考文献

[1] 谈育熙. 金属电子显微分析［M］. 北京：机械工业出版社，1989.
[2] 陈世朴，王永瑞. 金属电子显微分析［M］. 北京：机械工业出版社，1982.
[3] 李树堂. 金属 X 射线衍射与电子显微分析技术［M］. 北京：冶金工业出版社，1980.
[4] 魏全金. 材料电子显微分析［M］. 北京：冶金工业出版社，1990.
[5] 吴杏芳，柳得橹. 电子显微分析实用方法［M］. 北京：冶金工业出版社，1998.
[6] 周玉，武高辉. 材料分析测试技术［M］. 哈尔滨：哈尔滨工业大学出版社，1998.
[7] 常铁军，祁欣. 材料近代分析测试方法［M］. 哈尔滨：哈尔滨工业大学出版社，1999.
[8] 杜希文，原续波. 材料分析方法［M］. 天津：天津大学出版社，2006.
[9] 王富耻. 材料现代测试方法［M］. 北京：国防科技出版社，2006.
[10] 黄新民，解挺. 材料分析测试方法［M］. 北京：国防工业出版社，2006.
[11] 黄孝英. 透射电子显微学［M］. 上海：上海科学技术出版社，1987.
[12] 黄孝英，侯耀永，李理. 电子衍衬分析原理与图谱［M］. 济南：山东科学技术出版社，2000.
[13]［日］进藤大辅，平贺贤二. 材料评价高分辨电子显微方法［M］. 刘安生，译. 北京：冶金工业出版社，2001.
[14] 刘文西. 材料结构电子显微分析［M］. 天津：天津大学出版社，1989.
[15] 郭可信，叶恒强，吴玉琨. 电子艺术图在晶体学中的应用［M］. 北京：科学出版社，1989.
[16]［美］P. 赫什. 薄晶体电子显微学［M］. 刘安生，李永洪，译. 北京：科学出版社，1998.

冶金工业出版社部分图书推荐

书　　名	定价(元)
材料微观结构的电子显微学分析	110.00
功能陶瓷的显微结构、性能与制备技术（全英文国内版）	199.00
微生物应用技术	39.00
稀有金属真空熔铸技术及其设备设计	79.00
铌微合金化高性能结构钢	88.00
金属表面处理与防护技术	36.00
金属固态相变教程（第2版）	30.00
有色金属特种功能粉体材料制备技术及应用	45.00
精细化学品分析与应用	29.00
机电工程控制基础	29.00
硼泥及其他含硼物料在烧结球团中的应用	56.00
健美图解	39.00
投资项目可行性分析与项目管理	29.00
80C51单片机原理与应用技术	32.00
金精矿焙烧预处理冶炼技术	65.00
金属材料学（第2版）	52.00
金属材料热加工技术（高职高专）	37.00
矿物加工技术（第7版）\ B. A. 威尔斯	65.00
矿物加工实验方法	33.00
选矿厂工艺设备安装与维修	62.00
球团矿生产技术问答（上）	49.00
球团矿生产技术问答（下）	42.00
小波神经网络在铁矿石检验中的应用	49.00
铁矿石检验结果的数据处理	42.00
复杂难处理矿石选矿技术	90.00